

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

DISSERTAÇÃO

**ESTUDO DO EFEITO DA SEDIMENTAÇÃO PRÉVIA NA FILTRAÇÃO
DE FLUIDOS NÃO-NEWTONIANOS**

BEATRIZ PENIDO DA SILVA

Dezembro, 2018



**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

**ESTUDO DO EFEITO DA SEDIMENTAÇÃO PRÉVIA NA FILTRAÇÃO
DE FLUIDOS NÃO-NEWTONIANOS**

BEATRIZ PENIDO DA SILVA

Sob a Orientação de
Luís Américo Calçada

e Co-orientação de
Cláudia Miriam Scheid

Dissertação submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de **Mestre em Engenharia Química**, Área de Concentração em Tecnologia Química.

Seropédica - RJ
Dezembro/2018

Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
Biblioteca Central / Seção de Processamento Técnico

Ficha catalográfica elaborada
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

S586e Silva, Beatriz Penido da, 1992-
Estudo do efeito da sedimentação prévia na filtração
de fluidos não-Newtonianos / Beatriz Penido da Silva.
- 2018.
73 f.: il.

Orientador: Luís Américo Calçada.
Coorientadora: Cláudia Miriam Sheid.
Dissertação (Mestrado). -- Universidade Federal
Rural do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Química, 2018.

1. Sedimentação. 2. Filtração. 3. Fluido confinado.
4. Fratura. 5. Reologia. I. Calçada, Luís Américo, 1966,
orient. II. Sheid, Cláudia Miriam, 1968-, coorient.
III Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro.
Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. IV.
Título.

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA QUÍMICA**

BEATRIZ PENIDO DA SILVA

Dissertação submetida como requisito parcial para a obtenção do grau de **Mestre em Engenharia Química**, no Curso de Pós-Graduação em Engenharia Química, área de concentração em Tecnologia Química.

DISSERTAÇÃO APROVADA EM 19/12/2018

Luís Américo Calçada, D.Sc.,DEQ/UFRRJ
(Orientador)

Cristiano Agenor Oliveira de Araújo, D. Sc., ICET/UFVJM

Luiz Augusto da Cruz Meleiro, D.Sc.,DEQ/UFRRJ

AGRADECIMENTOS

Acredito ser difícil começar um agradecimento sem reconhecer que não foi fácil chegar até o final do mestrado. Eu sou muito grata a toda ajuda que recebi.

Deus, muito obrigada por ter me capacitado.

Mãe, obrigada por ser tudo na minha vida. Obrigada pelas orações, por sempre me incentivar a estudar e acreditar em mim. Eu não sei o que seria de mim se tivesse nascido de outra mulher.

Ana e João, meus irmãos que amo tanto, obrigada por existirem. Desculpa a distância, que não me permitiu ser a irmã mais velha que vocês precisam.

Vô e Vó, eu sinto muito a falta de vocês. Lembrar de todo o amor que vocês me deram me ajuda a permanecer forte nos momentos difíceis.

Obrigada a toda a minha família por sempre estar ao meu lado.

Professor Luís Américo Calçada, com toda a admiração que tenho pelo senhor, eu não poderia ter escolhido outro professor para ser meu orientador, na monografia e no mestrado. Muito obrigada por todos os conselhos de vida, pelo conhecimento transmitido e por todas as exigências que tanto me fizeram crescer.

Professora Cláudia Miriam Scheid e Professor Luiz Augusto da Cruz Meleiro, sou muito grata a tudo que fizeram por mim, por todo o conhecimento e contribuições feitas ao longo de toda a minha jornada na Rural.

Eu tenho imenso orgulho de ter feito parte da equipe do Laboratório de Escoamento de Fluidos Giulio Massarani. Muito obrigada, Gabi, Sérgio, Eduardo e Elias, por estarem presente durante a minha passagem pelo LEF, por se tornarem meus amigos e por toda ajuda e contribuição durante o meu crescimento profissional. Minhas alunas de iniciação científica, Michelle e Beatriz, obrigada por me aturarem nos momentos de desespero quando algum experimento dava errado, a ajuda de vocês foi essencial, obrigada mesmo. Elias, vou cumprir a promessa de sempre voltar para te visitar. Sentirei saudades.

Robson e Gabi, conhecer vocês foi a melhor coisa do mestrado. Muito obrigada pela amizade. Robson, companheiro no estudo de sedimentação, muito obrigada por toda a contribuição feita ao meu trabalho, obrigada pelos vários momentos em que passamos juntos olhando uma proveta tentando entender o que acontecia lá dentro. Gabi, muito obrigada por sempre cuidar de mim.

Minhas amigas da república, obrigada por aguentar meu mau humor e cansaço ao chegar em casa. Bia e Allana, vocês são um conforto muito grande durante a correria da semana. Junto com nossos gatitos, Tião, Luci, Ciclope e Bartô, vocês são a minha família aqui em Seropédica.

Minhas amigas de Minas, agradeço muito por sempre estarmos unidas, apesar da distância. Sou muito feliz por poder acompanhar o crescimento de cada uma de vocês, uma em cada área, em cada canto do mundo. Luiza, Cíntia, Sílvia, Roselene e Rosimar, amo muito vocês.

UFRRJ, você foi minha segunda mãe. Obrigada por toda ajuda e crescimento que me proporcionou. Obrigada por ter me acolhido em 2011, quando cheguei de outro Estado sem conhecer ninguém. Obrigada por ter me feito Engenheira Química e agora Mestre. Tenho muito orgulho de ser ruralina.

Agradeço ao Centro de Pesquisas da Petrobras (Cenpes) pelo apoio técnico, científico e financeiro que tanto contribuiu para a conclusão do meu trabalho.

Obrigada! Obrigada! Obrigada!

RESUMO

SILVA, Beatriz Penido. **Estudo do efeito da sedimentação prévia na filtração de fluidos não-Newtonianos**. 2018. 73p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química, Tecnologia Química). Instituto de Tecnologia, Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2018.

Durante a perfuração de um poço de petróleo, parte do fluido de perfuração é confinado nas regiões anulares com a finalidade de auxiliar a estabilização do poço. Do confinamento do fluido ao início da produção são necessários alguns meses, até mesmo anos, para a completa finalização do poço. Durante este tempo o poço entra em equilíbrio térmico com o ambiente, permanecendo em baixas temperaturas, característica das águas profundas. Ocorre também a sedimentação do material adensante presente no fluido de perfuração, formando um leito de partículas no fundo da região anular. Com o início da produção, o petróleo é extraído do reservatório em altas temperaturas, resultando em uma transferência de calor do petróleo quente para o poço frio. O aumento de temperatura provoca a expansão volumétrica do fluido de perfuração confinado, o que causa um aumento de pressão na região anular. Este fenômeno é conhecido como *Annular Pressure Build-up* (APB). O aumento da pressão pode causar danos irreparáveis na estrutura do poço, podendo até levar ao abandono do mesmo. Para aliviar a pressão são utilizados métodos de mitigação, como a sapata aberta, que permitem um contato direto do fluido confinado com a formação rochosa. O aumento da pressão causa fraturas desejadas nesta região, permitindo a drenagem do fluido para a formação e diminuindo a pressão no anular. A maior pressão é observada no fundo da região anular, devido à maior hidrostática e maior temperatura. Dessa forma, a sapata aberta é propositalmente localizada nesta região, por ter a maior tendência à ocorrência de fraturas. A dúvida sobre esse processo fica em relação ao leito de partículas formado durante a sedimentação, também no fundo da região anular. O sedimento formado pode obstruir a sapata e talvez dificultar o alívio da pressão. A drenagem do fluido através do leito de partículas é caracterizada como um processo de filtração. Portanto, este trabalho teve como objetivo compreender o efeito da sedimentação prévia na filtração de fluidos não-Newtonianos. O fluido de perfuração estudado é composto de água, goma xantana (0,5 lb/bbl), barita (15% v/v) e glutaraldeído (0,5 lb/bbl). A análise reológica do fluido foi feita em um reômetro e foi verificado o comportamento viscoelástico e pseudoplástico. A sedimentação foi observada em um microscópio online, onde corredores de viscosidade reduzida e o encadeamento de partículas foram verificados. Experimentos de filtração com e sem sedimentação prévia foram estudados, utilizando células de filtração HTHP. A sedimentação ocorreu dentro da própria célula de filtração e foi acompanhada durante o intervalo de um a sete dias. Foi possível concluir a partir dos experimentos que o volume de filtrado aumenta com o decorrer do tempo de sedimentação, sendo favorável ao alívio da pressão na região anular.

Palavras-chave: Fluido confinado, sedimentação, filtração e permeação, fratura.

ABSTRACT

SILVA, Beatriz Penido. **Study of the effects of previous sedimentation on the filtration of non-Newtonian fluids**. 2018. 73p. Dissertation (Master of Science in Chemical Engineering, Chemical Technology). Institute of Technology, Department of Chemical Engineering, Federal Rural University of Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2018.

During the drilling of an oil well, part of the drilling fluid is confined to the annular regions in order to aid in the stabilization of the well. From the confinement of the fluid to the beginning of production it takes a few months, even years, for the well to be concluded. During this time, the well reaches thermal equilibrium with the environment, remaining at low temperatures characteristic of the deep waters. There is also sedimentation of the weighting material found in the drilling fluid, forming a particle bed on the bottom of the annular region. With the start of the production, the oil is extracted from the reservoir at high temperatures, resulting in a transfer of heat from the hot oil to the cold well. The increase in temperature causes the volumetric expansion of the confined drilling fluid, which causes an increase in pressure in the annular region. This phenomenon is known as Annular Pressure Build-up (APB). Increased pressure can cause irreparable damage to the structure of the well, and may even lead to abandonment. To relieve the pressure, mitigation methods, such as the open shoe, which allows direct contact of the confined fluid with the rock formation, are used. Increased pressure causes desired fractures in this region, allowing the drainage of the fluid to the rock formation and decreasing the pressure in the annulus. The highest pressure is observed at the bottom of the annular region, due to the higher hydrostatic and higher temperature. Thus, the open shoe is purposely located in this region, because it is where the fractures are more likely to occur. The doubt about this process is in relation to the bed of particles formed during the sedimentation, also on the bottom of the annular region. The sediment formed can clog the shoe and may make it difficult to relieve pressure. The drainage of the fluid through the particle bed is characterized as a filtration process. Therefore, this work had as its objective to understand the effect of the previous sedimentation in the filtration of non-Newtonian fluids. The drilling fluid studied consists of water, xanthan gum (0.5 lb/bbl), barite (15% w/w), and glutaraldehyde (0.5 lb/bbl). The rheological analysis of the fluid was done in a rheometer and the viscoelastic and shear thinning behavior was verified. Sedimentation was observed in an online microscope, where corridors of reduced viscosity and particle chaining were verified. Filtration experiments with and without previous sedimentation were conducted using HTHP filtration cells. Sedimentation occurred within the filtration cell itself and was monitored during the interval of one to seven days. It was possible to conclude from the experiments that the volume of filtrate increases as the sedimentation time goes by, favoring the relief of the pressure in the annular region.

Keywords: Confined fluid, sedimentation, filtration and permeation, fracture.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema do processo de perfuração de um poço de petróleo.....	13
Figura 2. Detalhe da região da sapata aberta.	14
Figura 3. Diagrama esquemático do processo de filtração com sedimentação.	15
Figura 4. Processos de sedimentação e filtração do sedimento.	16
Figura 5. Teoria Filtração-Permeação.	17
Figura 6. Variação da altura das interfaces no interior da célula com o tempo para filtrações com sedimentação.....	18
Figura 7. Tortas de filtração (a) com e (b) sem sedimentação prévia para o fluido 90:10 a 700psi.	18
Figura 8. Curvas de filtração dos fluidos Newtonianos na pressão de 700psi.	19
Figura 9. Tortas de filtração (a) com e (b) sem sedimentação para o fluido 0,2% v/v GX a 700psi.	19
Figura 10. Curvas de filtração dos fluidos não-Newtonianos na pressão de 700psi.	20
Figura 11. Aparato experimental usado por Michele, Pätzold e Donis (1977).	21
Figura 12. Alinhamento observado por movimento lateral de 1,2% de esferas de vidro em uma solução aquosa de 0,5% de poliacrilamida.	21
Figura 13. Alinhamento observado por movimento lateral de 1,2% de esferas de vidro em uma solução aquosa de 0,5% de poliacrilamida.	22
Figura 14. Instabilidades observadas na sedimentação de uma suspensão com partículas leves (pretas) e pesadas (brancas). As imagens estão em sequência de três segundos.	23
Figura 15. Estruturas observadas na sedimentação de suspensões com partículas de (a) diferentes densidades e mesmo tamanho e (b) diferentes tamanhos e mesma densidade.	24
Figura 16. Aparato experimental usado por Joseph et al. (1994).	24
Figura 17. Esferas caindo (a) em regime de não interação com $\delta > \delta_c$, (b) em um fluido viscoelástico com $\delta \leq \delta_c$ e (c) em um fluido Newtoniano com $\delta \leq \delta_c$	25
Figura 18. Esferas de teflon caindo em (a) fluido viscoelástico e (b) fluido Newtoniano.	25
Figura 19. Esferas de nylon sedimentando em uma solução de CMC tipo Newtoniana. Imagens de 1-6 correspondem aos tempos de 7, 49, 91, 133, 175 e 217 minutos, respectivamente.	26
Figura 20. Esferas de nylon sedimentando em um fluido viscoelástico. Imagens de 1-6 correspondem aos tempos de 0, 11, 35, 72, 130 e 216 horas, respectivamente.	27
Figura 21. Aparato experimental utilizado por Daugan et al. (2002).	28
Figura 22. Posições em função do tempo de duas partículas caindo ao longo de suas linhas de centro com $d_0/2a \approx 20$	28
Figura 23. Corredores de viscosidade reduzida.	29
Figura 24. Posições em função do tempo de duas partículas caindo ao longo de suas linhas de centro com $d_0/2a \approx 40$	30
Figura 25. Posições em função do tempo de três partículas caindo ao longo de suas linhas de centro com (a) $d_{120}/2a \approx 83$ e $d_{230}/2a \approx 80$, (b) $d_{120}/2a \approx 24$ e $d_{230}/2a \approx 36$ e (c) $d_{120}/2a \approx 37$ e $d_{230}/2a \approx 22$	30
Figura 26. Diferentes tempos de sedimentação de uma suspensão em fluido pseudoplástico.	31
Figura 27. Influência no número de colunas verticais de partículas devido à (a) concentração de polímero e de (b) fração volumétrica inicial de partículas. Fonte: Daugan et al. (2004).	32
Figura 28. Posição em função do tempo para curvas com fração volumétrica de partículas inicial variando de 7 a 0,3%, da esquerda para a direita ($C_p=1500\text{ppm}$). Fonte: Adaptada de Daugan et al. (2004).	32
Figura 29. Variação na concentração de sólidos em função do tempo de sedimentação para (a) um fluido Newtoniano e em (b) um fluido pseudoplástico.	33

Figura 30. Material viscosificante – Goma xantana.	35
Figura 31. Material adensante – Barita MMS-10.	36
Figura 32. Agente biocida – Glutaraldeído.	36
Figura 33. Meio filtrante – Papel de filtro.	37
Figura 34. Picnômetro a gás - AccuPyc 1330.	37
Figura 35. Analisador de partículas - Malvern Mastersizer 2000 Hydro 2000 UM.	38
Figura 36. Agitador de fluidos - Fisatom 722D.	38
Figura 37. Balança de lama – Fann Instrument TruWate 141.	39
Figura 38. (a) Reômetro Haake Rheostress 1; (b) geometria de cilindros coaxiais.	40
Figura 39. Microscópio - Particle View V19.	42
Figura 40. Unidade de microscopia para análise dinâmica de imagens. (a) Esquema com unidades e (b) foto da unidade.	43
Figura 41. Célula de filtração HTHP.	44
Figura 42. Unidade de filtração em bancada.	45
Figura 43. Fluxograma da sequência de experimentos.	45
Figura 44. Análise granulométrica – Barita MMS-10.	47
Figura 45. Varredura de tensão (0,001 – 100 Pa; 1 Hz; 25°C).	49
Figura 46. Teste de <i>yield point</i> (0 – 1 Pa; 600 s; 25°C).	50
Figura 47. Varredura de frequência (0,001 – 1 Hz; 0,3 Pa; 25°C)	50
Figura 48. Teste de oscilação no tempo (0,3 Pa; 14400 s; 25°C).	51
Figura 49. Curva de fluxo (0 – 100 s ⁻¹ ; 300 s; 25°C).	52
Figura 50. Resultados experimentais vs. valores calculados pelo modelo.	53
Figura 51. Teste de proveta (Barita – MMS-10; proveta de 500 mL).	54
Figura 52. Metodologia para captação de imagens na proveta de 50 mL.	54
Figura 53. Encadeamento de partículas visualizado em proveta de 50 mL.	55
Figura 54. Sequência de imagens ilustrando a sedimentação em proveta de 50 mL.	56
Figura 55. Dinâmica da sedimentação, após dois dias do início do processo.	57
Figura 56. Leito de partículas formado após o terceiro dia de sedimentação.	58
Figura 57. Teste de mudança de escala em provetas – altura normalizada.	59
Figura 58. Teste de mudança de escala em provetas – altura e tempo normalizados.	59
Figura 59. Teste de mudança de escala em béqueres – altura normalizada.	60
Figura 60. Teste de mudança de escala em provetas e béqueres – altura e tempo normalizados.	61
Figura 61. Teste de mudança de escala em provetas de 50 e 500 mL para o fluido de perfuração estudado – altura e tempo normalizados. Fonte: dados do autor.	61
Figura 62. Volume de filtrado vs. tempo experimental.	62
Figura 63. Volume de filtrado vs. tempo experimental em intervalos de dois dias.	63
Figura 64. Volume final de filtrado em relação ao tempo de sedimentação.	64
Figura 65. Porosidade das tortas de filtração em relação ao tempo de sedimentação.	65
Figura 66. Espessura das tortas de filtração em relação ao tempo de sedimentação.	65
Figura 67. Imagens das tortas de filtração dos experimentos (a) sem sedimentação e (b) com sedimentação prévia de sete dias. Fonte: autoria própria.	66
Figura 68. Comparação entre espessura, fluido remanescente e volume de filtrado nos experimentos (a) sem sedimentação e (b) com sedimentação prévia de sete dias.	66
Figura 69. <i>Spurt loss</i> dos primeiros cinco segundos de filtração em relação ao tempo de sedimentação.	67
Figura 70. Baritas (a) Vale do Juquiá (MMS-10) e (b) Brasilminas (810/325).	70
Figura 71. Análise granulométrica das baritas (a) Vale do Juquiá (MMS-10) e (b) Brasilminas (810/325).	71

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Especificações do meio filtrante.....	37
Tabela 2. Formulação do fluido estudado.	38
Tabela 3. Dimensões das provetas do teste de mudança de escala.....	43
Tabela 4. Dimensões dos béqueres do teste de mudança de escala.....	44
Tabela 5. Especificações da célula de filtração.	44
Tabela 6. Diâmetros da amostra – Barita MMS-10.....	48
Tabela 7. Massa específica da barita MMS-10.	48
Tabela 8. Massa específica da suspensão.	48
Tabela 9. Parâmetros reológicos - Herschel-Bulkley.	53
Tabela 10. Propriedades das baritas Vale do Juquiá (MMS-10) e Brasilminas (810/325).	70

LISTA DE SÍMBOLOS

APB	<i>Annular Pressure Build-up</i>
GX	Goma xantana
CMC	Carboximetilcelulose
HTHP	<i>High Temperatures – High Pressures</i>
Δ	Distância de separação inicial
Δc	Distância crítica de interação entre as esferas
Z	Posição das partículas (mm)
V/V_t	Razão entre a velocidade da partícula e sua velocidade terminal
T	Tempo
d_0	Distância de separação inicial entre as partículas
d_{ij0}	Distância de separação inicial entre as partículas i e j
2^a	Diâmetro das partículas
C_p	Concentração do polímero
\emptyset	Fração volumétrica inicial de partículas
G'	Módulo elástico
G''	Módulo viscoso
T	Tensão cisalhante (Pa)
τ_0	Tensão limite de escoamento - <i>yield point</i> (Pa)
Γ	Taxa de cisalhamento (s^{-1})
K	Índice de consistência ($Pa \cdot s^n$)
N	Índice de comportamento (-)
R^2	Coefficiente de correlação
H_0	Altura inicial da interface na proveta ou béquer
D	Diâmetro da proveta ou béquer
ϵ	Porosidade
Vl	Volume de líquido
Vs	Volume de sólidos
ρ_s	Densidade do sólido
$^{\circ}C$	Grau Celsius
μm	Micrometro
% v/v	Concentração volume por volume
% p/p	Concentração peso por peso

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO DA LITERATURA	15
2.1 FILTRAÇÃO COM SEDIMENTAÇÃO	15
2.2 SEDIMENTAÇÃO EM FLUIDOS NÃO-NEWTONIANOS	20
3 MATERIAL E MÉTODOS	35
3.1 MATERIAL	35
3.1.1 Material viscosificante – Goma Xantana.....	35
3.1.2 Material adensante - Barita.....	35
3.1.3 Agente biocida - Glutaraldeído.....	36
3.1.4 Meio filtrante	36
3.2 MÉTODOS	37
3.2.1 Caracterização do material adensante.....	37
3.2.2 Preparo do fluido	38
3.2.3 Análise da densidade da suspensão	39
3.2.4 Análise reológica	39
3.2.5 Estudo da sedimentação.....	41
3.2.6 Estudo da filtração com sedimentação	44
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
4.1 CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL ADENSANTE.....	47
4.1.1 Análise granulométrica.....	47
4.1.2 Análise da massa específica	48
4.2 MASSA ESPECÍFICA DA SUSPENSÃO	48
4.3 ANÁLISE REOLÓGICA	48
4.4 ESTUDO DA SEDIMENTAÇÃO	53
4.4.1 Teste de proveta.....	53
4.4.2 Microscopia	56
4.4.3 Testes de mudança de escala do sedimentador.....	58
4.5 ESTUDO DA FILTRAÇÃO COM E SEM SEDIMENTAÇÃO PRÉVIA	62
5 CONCLUSÕES.....	68
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	69
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	72

CAPÍTULO I

1 INTRODUÇÃO

A perfuração de um poço de petróleo é feita frequentemente pelo método rotativo, onde a rocha é perfurada com a utilização de uma broca. Para resfriar e lubrificar essa broca é importante o uso de um fluido de perfuração. Esse fluido é injetado no interior da coluna de perfuração e retorna à superfície através do espaço anular formado entre a coluna e as paredes do poço (Figura 1). O fluido de perfuração também é usado para manter a pressão no espaço anular, impedindo o influxo de fluidos da formação rochosa e garantindo a estabilidade das estruturas, e é fundamental na limpeza dos cascalhos gerados no processo.

Quando a perfuração atinge a profundidade necessária, o anular formado recebe colunas de revestimento e é preenchido com uma pasta de cimento em regiões mais frágeis, previamente determinadas. As demais regiões anulares são completadas com o próprio fluido de perfuração. Esse processo é repetido com uma broca de menor diâmetro, fazendo com que o poço seja perfurado em diferentes fases até chegar à profundidade ideal.

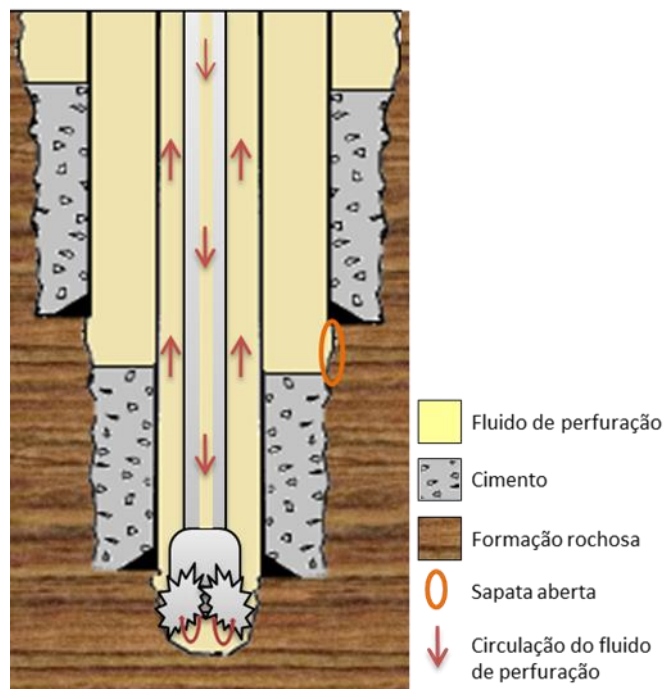


Figura 1. Esquema do processo de perfuração de um poço de petróleo.
Fonte: autoria própria.

Até que a perfuração se complete e todas as operações necessárias sejam finalizadas, alguns meses (ou até anos) de espera são necessários para que o poço comece a produzir. Durante esse tempo ocorrem duas situações: o poço entra em equilíbrio térmico com o ambiente (em regiões de águas profundas a temperatura na cabeça do poço pode chegar a 4°C), e os sólidos adensantes presentes no fluido de perfuração sedimentam, formando um leito de partículas no fundo da região anular.

Com o início da produção o petróleo é retirado da rocha reservatório em altas temperaturas, podendo chegar a 200°C. Neste momento, ocorre o choque térmico entre o petróleo quente e o poço frio, ocasionando a transferência de calor entre eles. O aquecimento do fluido de perfuração causa a sua expansão volumétrica. Como o fluido está confinado, ocorre um aumento da pressão nas regiões anulares. Essa sequência de acontecimentos é chamada de *Annular Pressure Build-up* (APB).

Caso não haja o alívio da pressão, danos na estrutura do poço podem ocorrer, podendo ser necessário o abandono do mesmo, além de possíveis danos ambientais por contaminação. Alguns métodos são utilizados para a mitigação do efeito do APB, como por exemplo, a sapata aberta (Figura 1). Nesse caso, parte da região anular não recebe revestimento, deixando o fluido de perfuração em contato direto com a formação rochosa. A vantagem de utilização desse método é que, se a pressão no anular ultrapassar a pressão de fratura da rocha, fraturas desejáveis irão ocorrer nessa região e parte do fluido confinado será drenado para a rocha, aliviando a pressão no anular, mitigando o APB.

Como o petróleo escoar ascendentemente pela coluna de produção, perdendo calor, as regiões inferiores são as mais quentes, o que resulta em uma maior pressão. Somada a isso, há a pressão hidrostática, que também é maior nas regiões inferiores por suportar um maior peso de fluido. Sendo assim, a sapata aberta está sempre localizada no fundo da região anular, pois é a região mais provável de conseguir superar a pressão de fratura da formação rochosa.

O processo acima descrito, a mitigação do APB pela fratura espontânea da rocha e alívio de pressão é o foco deste trabalho.

Um ponto importante neste processo é saber se a sapata aberta será tamponada pelo leito de partículas, formado pela sedimentação do material adensante durante o tempo de espera antes do início da produção. Um esquema da região da sapata aberta é melhor detalhado na Figura 2.

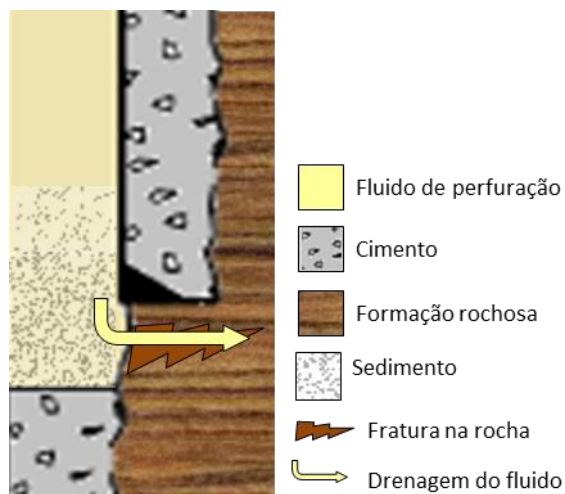


Figura 2. Detalhe da região da sapata aberta.

Fonte: autoria própria.

A motivação deste trabalho é poder inferir se o sedimento irá dificultar ou, até mesmo impedir, a drenagem do fluido após a fratura da rocha e consequente alívio da pressão no anular.

Para compreender este processo é necessário estudar como esse sedimento é formado e o tempo que leva para se formar. O escoamento do fluido através do leito de partículas, causado pelo aumento da pressão, caracteriza um processo de filtração. Portanto, entender a filtração após a sedimentação prévia é fundamental.

CAPÍTULO II

2 REVISÃO DA LITERATURA

Este capítulo é destinado à revisão da literatura acerca dos temas de filtração com sedimentação e sedimentação em fluidos não-Newtonianos.

2.1 Filtração com sedimentação

Segundo Yim (1999), poucos estudos sobre sedimentação com filtração são encontrados na literatura, devido a dificuldades teóricas e experimentais para análise do fenômeno. Durante a pesquisa sobre o tema foi comprovada a escassez de referências, dentre as quais, a maior parte estuda os fluidos Newtonianos.

O trabalho de Yim (1999) é interessante e esclarecedor. O autor tem como objetivo mostrar a diferença nos processos de filtração com e sem sedimentação e provar a sua teoria, desenvolvida em 1986, chamada de Filtração-Permeação. Vale ressaltar que o autor estuda os processos de filtração e sedimentação ocorrendo simultaneamente em fluidos Newtonianos. Segundo o autor, nas suspensões analisadas por ele, à medida que a filtração ocorria também era observada a sedimentação, o que modificava a interpretação de seus resultados.

Yim (1999) afirmou que quase todas as filtrações são acompanhadas por sedimentação, mesmo que esta ocorra em microescala e seja imperceptível. Portanto, em seu estudo, o autor só considera que há sedimentação quando uma interface visível é formada, separando a suspensão e o clarificado.

Na Figura 3 é exemplificado o processo de filtração com sedimentação. A Figura 3 (a) representa o início da filtração, onde todos os sólidos ainda estão em suspensão; a Figura 3 (b) mostra o processo de filtração com sedimentação, onde há formação da torta e ocorrência do clarificado. A diferença de nível entre a Figura 3 (a) e (b) é devido ao volume de filtrado coletado no processo.

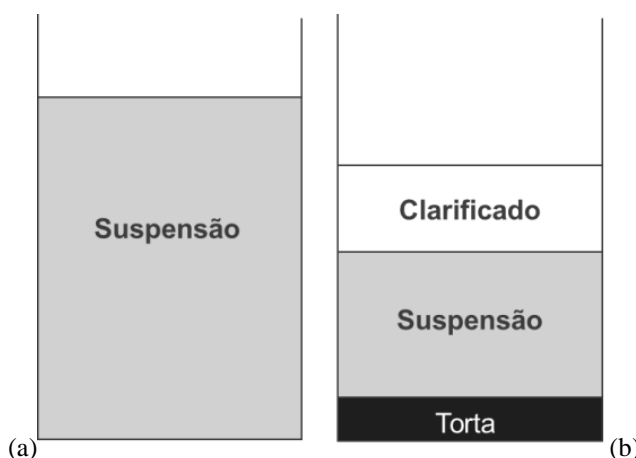


Figura 3. Diagrama esquemático do processo de filtração com sedimentação.
Fonte: Adaptada de Yim (1999)

Bockstal et al. (1985) e Tiller et al. (1995) também apresentaram resultados sobre filtração com sedimentação. Porém, há uma diferença conceitual entre estes trabalhos e Yim (1999). Essa diferença dá-se principalmente ao que é considerado sedimento e o que é considerado torta de filtração.

Bockstal et al. (1985) e Tiller et al. (1995) consideram que a torta cresce não somente com a filtração, mas também com a sedimentação. Ou seja, o sedimento se acumula na torta e age como torta a partir daquele momento.

Estes conceitos não são aceitos por Yim (1999). Segundo o autor, tanto as resistências quanto as frações mássicas apresentadas pelo sedimento e pela torta são diferentes, portanto sedimento não deve ser considerado torta. Durante a filtração o sedimento se transforma em torta à medida que ocorre sua compactação.

Ainda sobre as diferenças entre esses trabalhos, Bockstal et al. (1985) e Tiller et al. (1995) assumem que a fração mássica inicial da suspensão é constante durante todo o processo de filtração, conceito também não aceito por Yim (1999). Segundo o autor quando a filtração é acompanhada de sedimentação, a fração mássica de sólidos não pode ser mantida constante e nem com o mesmo valor inicial. A existência da interface entre a suspensão e o clarificado exemplifica a diferença de concentrações durante o processo.

Para exemplificar e esclarecer os conceitos, na Figura 4 é apresentado o processo descrito por Yim (1999). Inicialmente a suspensão é adicionada na célula de filtração e a mesma permanece em repouso até que sedimento completamente (Figura 4 (a) e (b)). Em seguida, é iniciada a filtração (Figura 4 (c)). É possível observar a diminuição da altura de sedimento e do volume de fluido no interior da célula, bem como a formação da torta de filtração. Este é ponto de diferenciação entre os conceitos adotados por Bockstal et al. (1985) e Tiller et al. (1995) e Yim (1999). Os primeiros consideram que a filtração se inicia com a torta já formada (pois consideram que sedimento é torta), e Yim (1999) considera que a torta é formada através da filtração do sedimento. Segundo o autor, o sólido que forma a torta é proveniente do sedimento, já que não há mais sólido em suspensão, visto que a sedimentação foi completa. Portanto, não há filtração da suspensão e sim do sedimento.

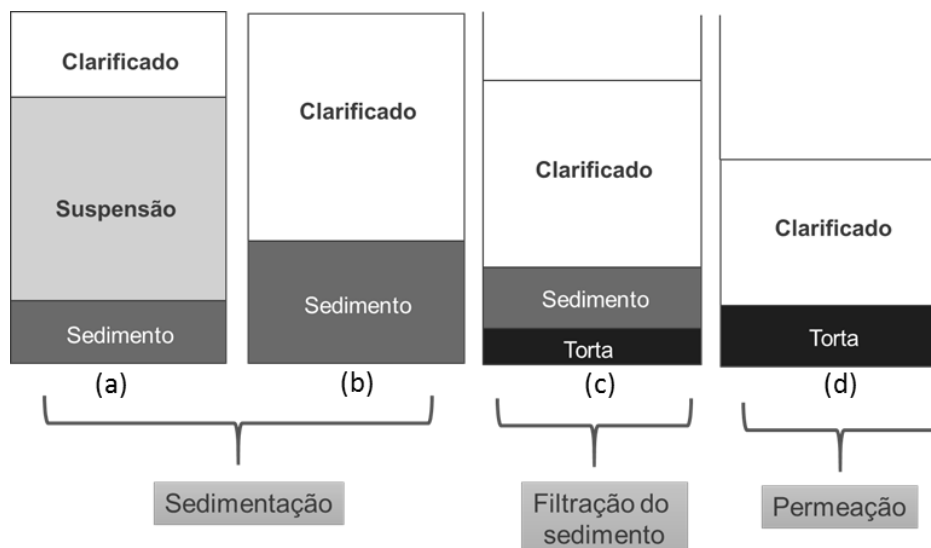


Figura 4. Processos de sedimentação e filtração do sedimento.

Fonte: Adaptada de Yim (1999).

Durante a filtração do sedimento é observada a diminuição da altura da interface sedimento-clarificado devido à transformação do sedimento em torta (compactação). Ao fim deste processo, quando todo o sólido foi transformado em torta, não há mais mudanças na altura da interface (Figura 4 (d)). A partir deste ponto o autor não considera mais que ocorra um processo de filtração, e sim, uma permeação através da torta. O clarificado escoar através da torta, a qual permanece com sua massa constante. Em uma filtração convencional a massa da torta aumenta de zero até algum certo valor e neste ponto do processo isso não ocorre. Sendo assim, o autor denomina essa etapa como permeação e apresenta a sua teoria chamada Filtração-Permeação.

Na Figura 5 é exemplificada de forma gráfica a teoria de Filtração-Permeação apresentada.

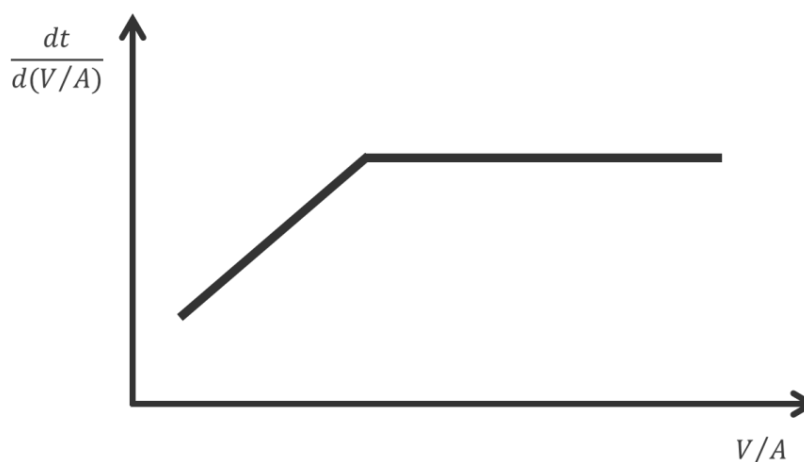


Figura 5. Teoria Filtração-Permeação.
Fonte: Adaptada de Yim (1999).

A primeira região do gráfico representa o período de filtração, com um fluxo crescente e a segunda região é a etapa de permeação, com um fluxo constante. Yim (1999) apresenta resultados de suspensões de carbonato de cálcio em água, em diferentes concentrações.

Outro trabalho sobre filtração com sedimentação é de Font e Hernández (2000), onde é apresentada uma modelagem para o cálculo de parâmetros de filtração com adaptação do teorema de Kynch (1952), desenvolvido para processos de sedimentação.

Os autores realizaram ensaios de filtração com sedimentação em um cilindro de vidro, onde puderam acompanhar a movimentação da interface suspensão-clarificado e o crescimento da torta, bem como a diminuição da altura de fluido na célula devido ao aumento do volume de filtrado. A suspensão estudada foi de carbonato de cálcio em água na concentração de 25% p/p. Na Figura 6 são exemplificados os resultados obtidos. Vale ressaltar que neste estudo os autores não fazem distinção entre os conceitos de sedimento e torta, como feito por Yim (1999).

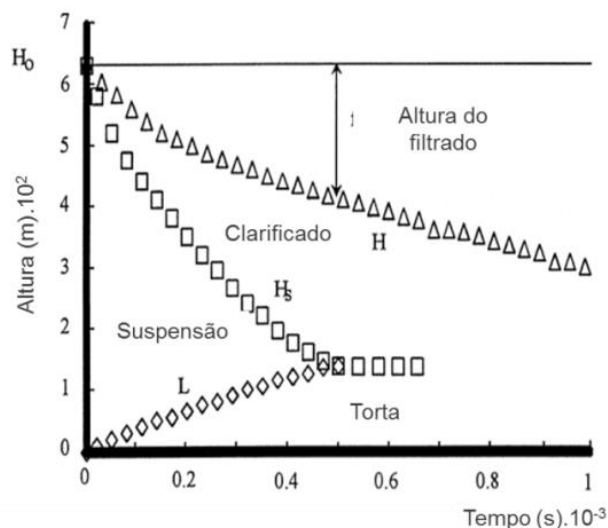


Figura 6. Variação da altura das interfaces no interior da célula com o tempo para filtrações com sedimentação. Fonte: Adaptada de Font e Hernández (2000).

De acordo com Font e Hernández (2000) se a variação da altura do filtrado for adicionada à variação da altura da interface suspensão-clarificado e à altura da torta, o teorema de Kynch (1952) pode ser aplicado com a possibilidade de deduzir as seguintes relações e parâmetros: a relação entre o taxa de sedimentação e concentração de sólidos, a resistência do meio filtrante, a solidez e a resistência específica média da torta formada.

Dentro do tópico de filtração com sedimentação, é importante citar o trabalho desenvolvido no Laboratório de Escoamento de Fluidos Giulio Massarani como tema de mestrado de Silva (2017).

Dentro do mesmo contexto de aumento na pressão de fluidos confinados em anulares, Silva (2017) teve como objetivo avaliar os efeitos da sedimentação prévia nas propriedades da torta de filtração, tanto para fluidos Newtonianos como não-Newtonianos. Foram realizadas filtrações sem sedimentação e com sedimentação prévia de sete dias, nas pressões de 500 e 700 psi.

Os resultados de Silva (2017) mostram que a sedimentação prévia tem grande influência sobre a filtração. Na Figura 7 são apresentadas duas tortas obtidas para fluido base Newtoniano (glicerina - água, 90:10, 700psi), Sendo (a) obtida nos experimentos com sedimentação prévia de sete dias e (b) nos experimentos sem sedimentação. A torta com sedimentação de sete dias é mais espessa.

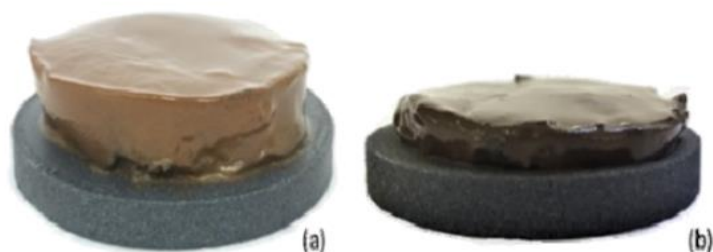


Figura 7. Tortas de filtração (a) com e (b) sem sedimentação prévia para o fluido 90:10 a 700psi. Fonte: Silva (2017)

As variações dos volumes de filtrado nos experimentos com e sem sedimentação, podem ser observadas na Figura 8. Para um fluido base Newtoniano, composto de glicerina e água na composição de 90:10, são obtidas as curvas azul e verde. A curva azul é resultado de uma filtração sem sedimentação e a curva verde de uma filtração com sete dias de sedimentação.

O volume de filtrado é maior na ausência de sedimentação. Silva (2017) acredita que a torta pré-formada, influenciou diretamente na redução do volume de filtrado. As curvas preta e vermelha são resultados dos mesmos experimentos, porém para um fluido base glicerina-água 95:5. Diferente de Yim (1999), Silva (2017) não distingue os conceitos de sedimento e torta.

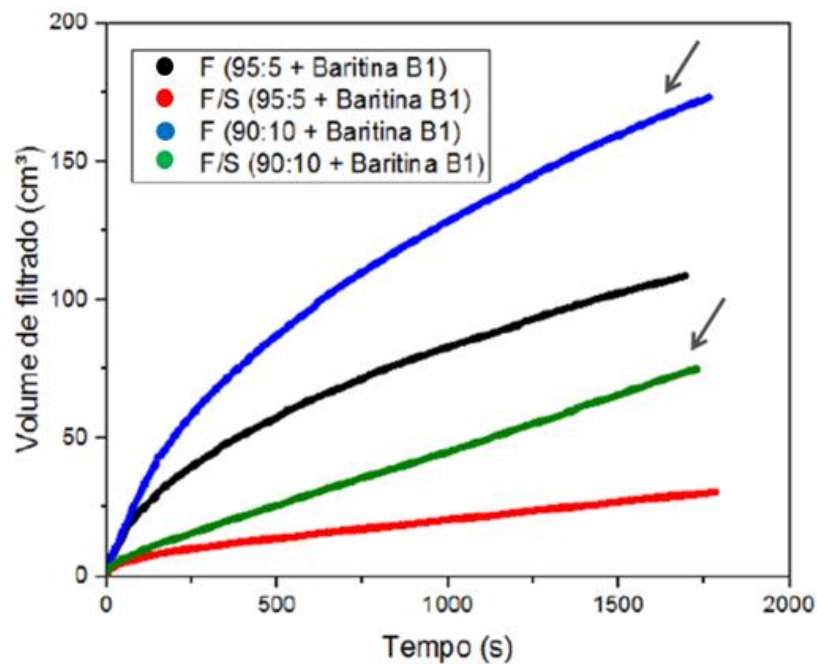


Figura 8. Curvas de filtração dos fluidos Newtonianos na pressão de 700psi. Fonte: Silva (2017)

A mesma metodologia foi repetida para um fluido base não-Newtoniano, composto de água e goma xantana 0,2% v/v. As tortas obtidas podem ser vistas na Figura 9.

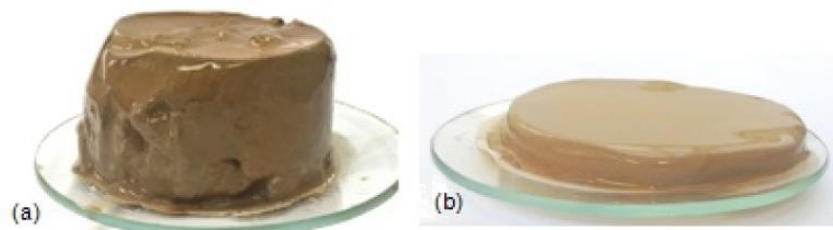


Figura 9. Tortas de filtração (a) com e (b) sem sedimentação para o fluido 0,2% v/v GX a 700psi. Fonte: Silva (2017)

Em (a) a torta foi obtida em uma filtração com sedimentação prévia, e (b) sem sedimentação. A espessura da torta com sedimentação é maior. Outra observação é que a diferença de espessuras é mais pronunciada quando fluidos não-Newtonianos são utilizados. De acordo com Silva (2017), em alguns casos, a espessura das tortas de filtração com sedimentação chegou a ser quase seis vezes maior quando comparadas com experimentos sem sedimentação.

Os volumes de filtrado coletados para fluidos não-Newtonianos são apresentados na Figura 10.

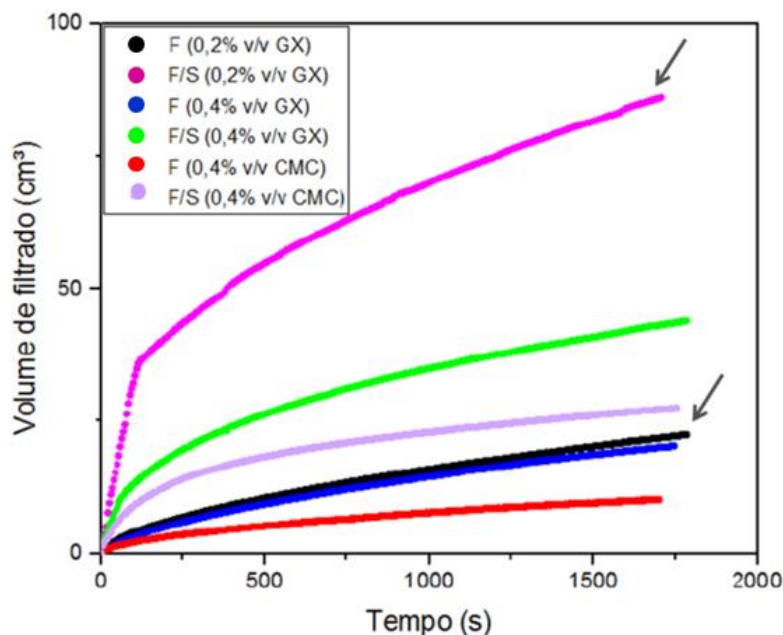


Figura 10. Curvas de filtração dos fluidos não-Newtonianos na pressão de 700psi.
Fonte: Silva (2017)

A curva rosa é resultado de uma filtração com sedimentação e a curva preta sem sedimentação. As demais curvas são experimentos semelhantes para diferentes composições de fluidos não-Newtonianos.

Para fluidos não-Newtonianos, Silva (2017) obteve um resultado contrário ao observado com os fluidos Newtonianos. Neste caso, o volume de filtrado foi maior diante da sedimentação prévia de sete dias, mesmo a torta tendo sido mais espessa. Esse resultado é contra intuitivo, pois uma torta mais espessa deveria apresentar uma maior resistência, e com isso um menor volume de filtrado (como acontece para fluidos Newtonianos).

Segundo Silva (2017) os polímeros utilizados nos fluidos não-Newtonianos podem ter influenciado na estrutura da torta pré-formada na filtração com sedimentação, não permitindo a formação de uma torta compacta, facilitando assim a passagem do filtrado e o aumento das espessuras das tortas. A partir desta conclusão, este trabalho que apresento veio como continuação do que foi apresentado por Silva (2017) e traz uma revisão detalhada sobre a sedimentação de partículas em fluidos não-Newtonianos, objetivando elucidar os resultados que serão apresentados posteriormente no CAPÍTULO IV.

2.2 Sedimentação em fluidos não-Newtonianos

A sedimentação de suspensões é importante em diversos setores da indústria. Embora possa ser considerada um dos processos de separação mais simples, alguns conceitos ainda permanecem de difícil compreensão, principalmente envolvendo interações hidrodinâmicas em fluidos mais complexos.

A literatura acerca da sedimentação em fluidos não-Newtonianos não é muito extensa. A maioria dos estudos concentra-se na observação do comportamento de uma única partícula ou de poucas partículas isoladas. No entanto, a grande variedade de comportamentos reológicos exibidos pelos fluidos não-Newtonianos impede a generalização dos resultados. O caso das suspensões foi ainda menos estudado, principalmente em relação a trabalhos quantitativos (DAUGAN, 2004).

Um trabalho pioneiro na área é de Michele, Pätzold e Donis (1977). Os autores estudaram o comportamento de uma suspensão de esferas de vidro em um fluido viscoelástico. Uma gota dessa suspensão foi colocada entre duas placas de vidro. A placa inferior foi mantida constante enquanto foram feitos movimentos laterais e circulares com a placa superior. A Figura 11 exemplifica o aparato experimental.

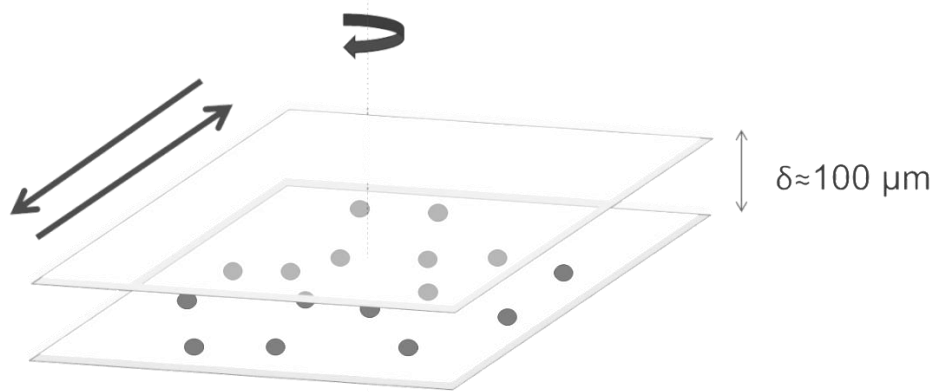


Figura 11. Aparato experimental usado por Michele, Pätzold e Donis (1977).
Fonte: Autoria própria (2018).

Os resultados obtidos com movimentos laterais da placa superior são apresentados na Figura 12. Em (a) as partículas estão aleatórias antes de qualquer movimento; em (b) a placa superior é movida lentamente; em (c) e (d) a placa é movida lateralmente cada vez mais rápido.

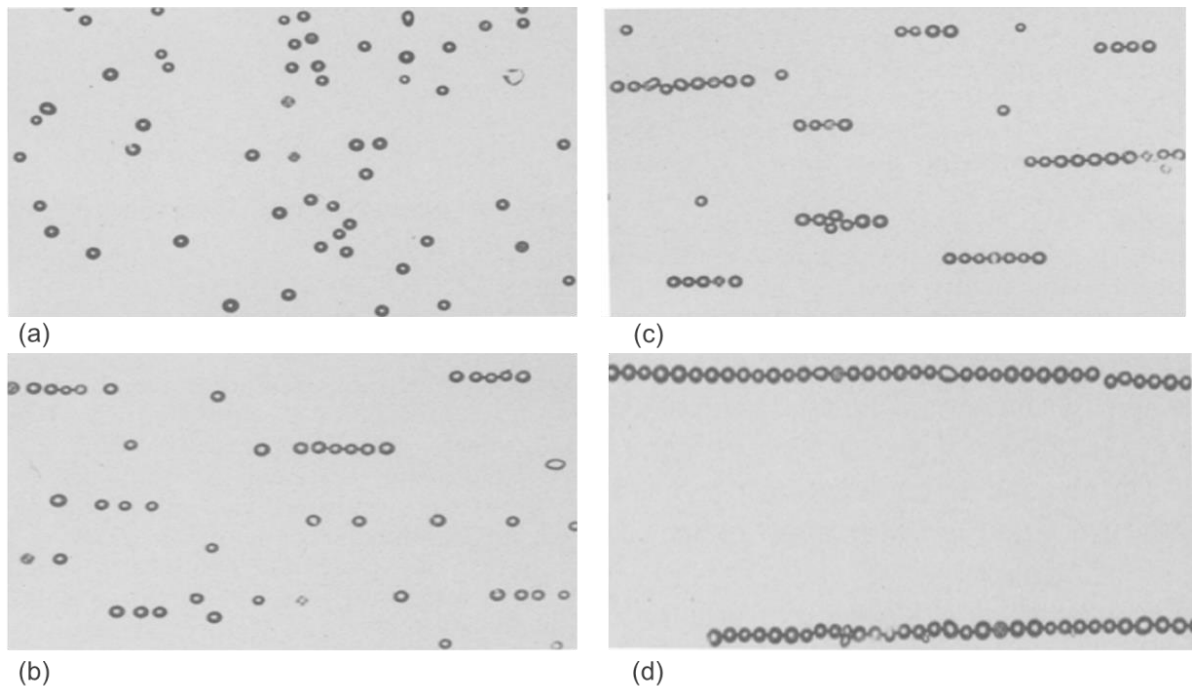


Figura 12. Alinhamento observado por movimento lateral de 1,2% de esferas de vidro em uma solução aquosa de 0,5% de poliacrilamida.
Fonte: Michele, Pätzold e Donis (1977).

Michele, Pätzold e Donis (1977) observaram um alinhamento das partículas nas extremidades das placas de vidro. Os autores afirmam que não há contato entre as partículas e as placas de vidro e também não há interações eletrostáticas. Portanto, a possível causa do alinhamento são as tensões normais presentes no fluido viscoelástico.

Quando um movimento circular é aplicado na placa superior as esferas se arranjam em grupos circulares, como pode ser visto na Figura 13.

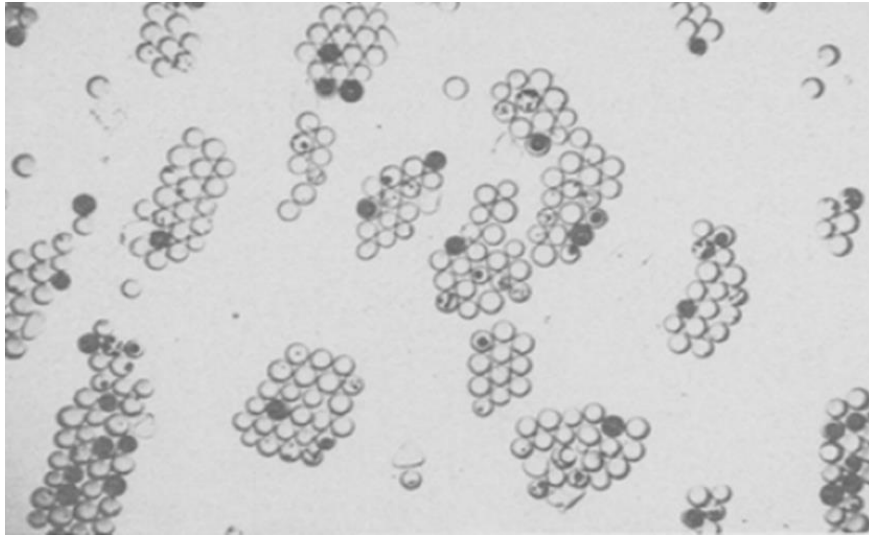


Figura 13. Alinhamento observado por movimento lateral de 1,2% de esferas de vidro em uma solução aquosa de 0,5% de poliacrilamida.
Fonte: Michele, Pätzold e Donis (1977).

Dessa forma, fica evidente uma influência da direção do escoamento no alinhamento e agregação das partículas. Michele, Pätzold e Donis (1977) afirmam que este comportamento não foi observado em fluidos Newtonianos.

Também sobre o alinhamento de partículas, Weiland, Pessas e Ramarao (1984) relataram a existência de instabilidades na sedimentação de suspensões contendo partículas de distintos tamanhos ou densidades. Os autores comentam que a teoria de sedimentação, desenvolvida até então, considera que a distribuição espacial de partículas no plano horizontal é uniforme, e que a maioria dos estudos sobre o tema são destinados a partículas de mesmo tamanho ou densidades. Porém os resultados obtidos pelos autores mostram que a dispersão no tamanho ou na densidade das partículas pode levar a comportamentos muito mais complexos.

Para entender melhor as instabilidades observadas, Weiland, Pessas e Ramarao (1984) estudaram uma suspensão contendo partículas leves e pesadas. As partículas pesadas foram tingidas com tinta fluorescente e, usando luz negra, foi possível captar imagens diferenciando a posição de cada tipo de partícula. O resultado pode ser visto na Figura 14.

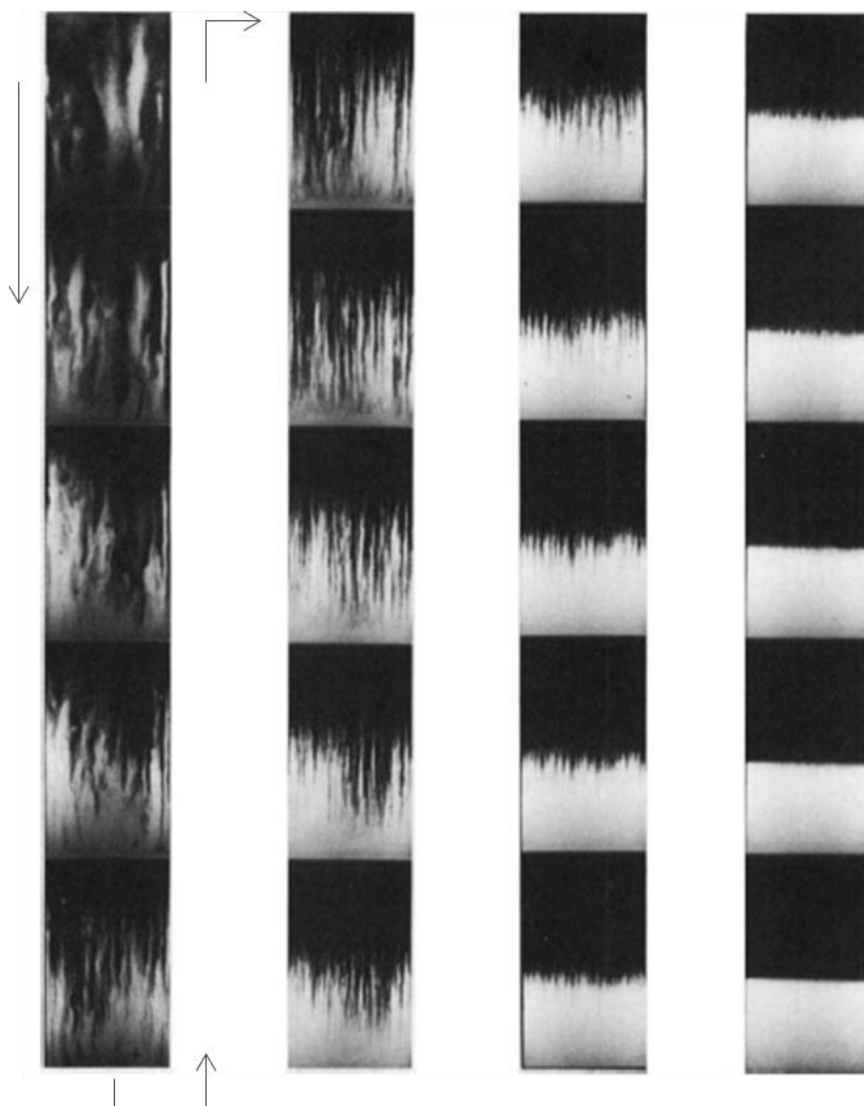


Figura 14. Instabilidades observadas na sedimentação de uma suspensão com partículas leves (pretas) e pesadas (brancas). As imagens estão em sequência de três segundos.
 Fonte: Adaptada de Weiland, Pessas e Ramarao (1984).

Weiland, Pessas e Ramarao (1984) observaram uma rápida segregação lateral das duas espécies de partículas em colunas verticais, as quais foram chamadas de “dedos”. Também foi constatada uma maior taxa de sedimentação durante a existência dessas estruturas.

As cadeias persistem desde que as partículas leves e pesadas estejam presentes na mesma fase. Quando a separação ocorre, a sedimentação retorna ao normal com uma interface bem definida. Foi observada a existência de correntes convectivas durante o processo de separação das partículas e essa movimentação das partículas parece ser a causa das instabilidades observadas (Weiland; Pessas; Ramarao, 1984).

As cadeias de partículas podem ser observadas quando há diferenças significativas no tamanho ou na densidade das partículas. Na Figura 15 (a) são retratadas as estruturas observadas em um sistema de partículas com densidades diferentes e mesmo tamanho. Já na Figura 15 (b) as partículas apresentam a mesma densidade e tamanhos distintos.

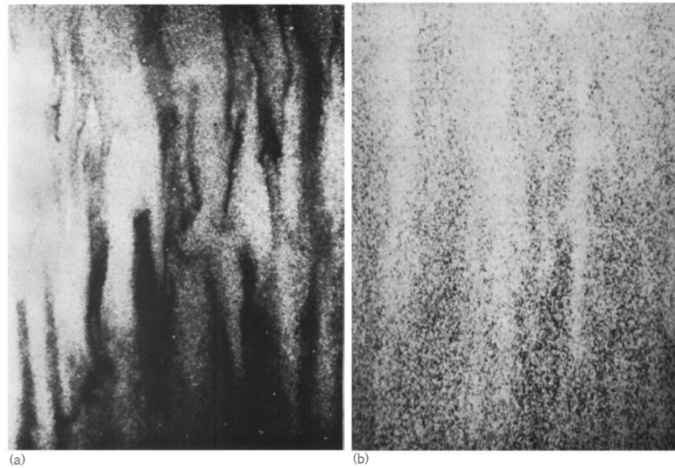


Figura 15. Estruturas observadas na sedimentação de suspensões com partículas de (a) diferentes densidades e mesmo tamanho e (b) diferentes tamanhos e mesma densidade.
 Fonte: Weiland, Pessas e Ramarao (1984).

Em ambos os casos, o encadeamento das partículas foi observado, porém as estruturas são mais pronunciadas quando há diferentes densidades.

Como a sedimentação é governada pela ação da gravidade, é importante notar que, assim como observado por Michele, Pätzold e Donis (1977), as estruturas formam-se na direção da força aplicada.

Joseph et. al (1994) estudaram o comportamento de duas esferas caindo em fluidos Newtonianos e em fluidos viscoelásticos. Para isto foi construído um aparato experimental onde a distância inicial entre as esferas pudesse ser manipulada. Acoplado a este aparato, os autores dispunham de uma câmera que captava imagens em sequência para observar o movimento das esferas em cada condição experimental (Figura 16).

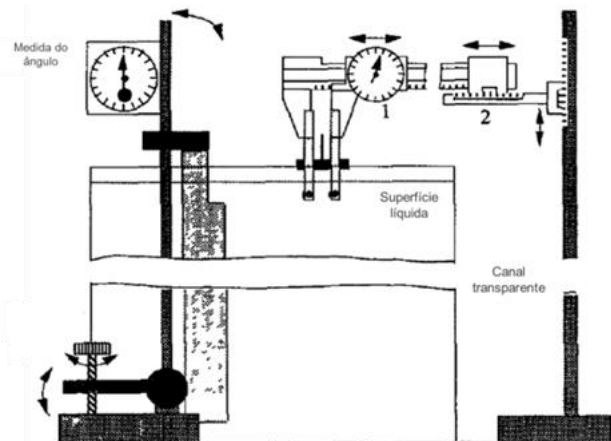


Figura 16. Aparato experimental usado por Joseph et al. (1994).
 Fonte: Joseph et al. (1994).

Joseph et al. (1994) observaram três tipos de comportamentos distintos (Figura 17). De acordo com os autores, existe uma distância crítica para que haja interação entre as esferas. Caso as esferas estejam inicialmente separadas por uma distância maior que a distância crítica, elas não irão interagir e cada uma se mantém em sua trajetória isolada, como representado na Figura 17 (a). Caso as esferas se encontrem em uma distância menor que a distância crítica, duas situações podem acontecer. Se as esferas caem em um fluido viscoelástico, há atração lateral entre elas e ambas caem em uma cadeia vertical (Figura 17 (b)), se caem em um fluido Newtoniano, é observado um movimento de repulsão entre elas

(Figura 17 (c)). Foi observado o efeito de parede na Figura 17(b), onde as esferas além de se atraírem lateralmente também eram atraídas para a parede presente no lado esquerdo do aparato experimental.

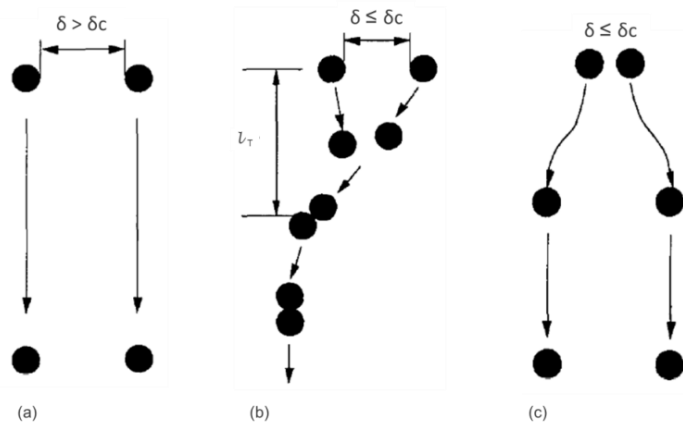


Figura 17. Esferas caindo (a) em regime de não interação com $\delta > \delta_c$, (b) em um fluido viscoelástico com $\delta \leq \delta_c$ e (c) em um fluido Newtoniano com $\delta \leq \delta_c$.

Fonte: Joseph et al. (1994).

Na Figura 18 são apresentadas as imagens para os experimentos com duas esferas de teflon caindo em fluido viscoelástico (solução aquosa de polyox 1,5%) e fluido Newtoniano (glicerina-água 50/50), obtidas por Joseph et al. (1994).

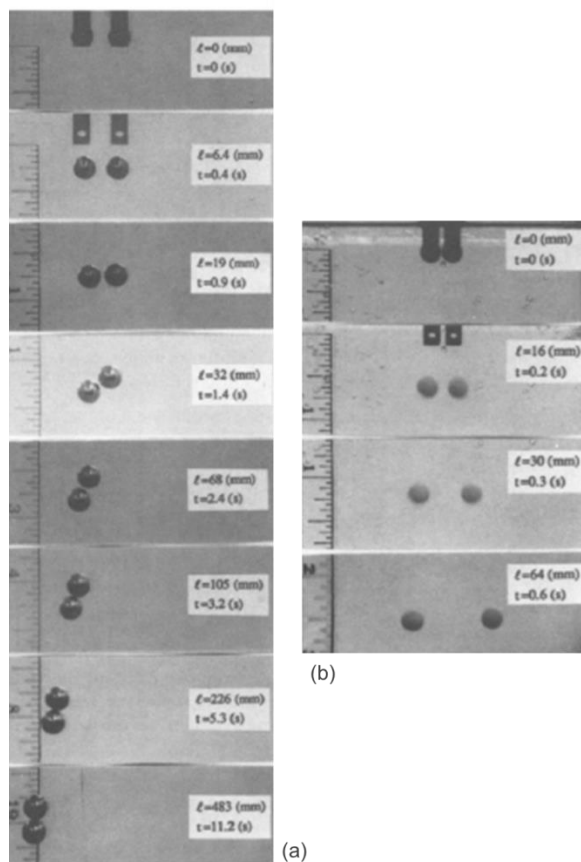


Figura 18. Esferas de teflon caindo em (a) fluido viscoelástico e (b) fluido Newtoniano.

Fonte: Joseph et al. (1994).

Joseph et al. (1994) relatam ser difícil generalizar os resultados, pois muitos efeitos estão envolvidos e fluidos não-Newtonianos podem apresentar diferentes comportamentos. Diante disso, os autores tentaram separar os efeitos de viscosidade e elasticidade para entender de fato qual deles determinava o comportamento de encadeamento das esferas. Foram estudadas diversas soluções (pseudoplásticas, pseudoplásticas com tixotropia, viscoelásticas, viscoelásticas pseudoplásticas, pseudoplásticas não viscoelásticas) e ainda assim é difícil um resultado geral. Porém, para que ocorra o encadeamento das esferas, os autores conseguiram afirmar que: grandes valores de tensões normais são suficientes, mas não necessários; pseudoplasticidade com tixotropia também é suficiente, mas também não é necessária; e o comportamento de encadeamento não foi observado em fluidos inelásticos ou com baixos valores de tensões normais.

A diferença de comportamentos entre fluidos Newtonianos e viscoelásticos também foi relatada por Bobroff e Phillips (1998). Os autores usaram a técnica de ressonância magnética nuclear para captar imagens de sedimentação de esferas e conseguiram perceber diferentes estruturas formadas.

A sequência de imagens obtida para o fluido Newtoniano é apresentada na Figura 19. Cada uma das imagens foi captada em tempos de sedimentação diferentes.

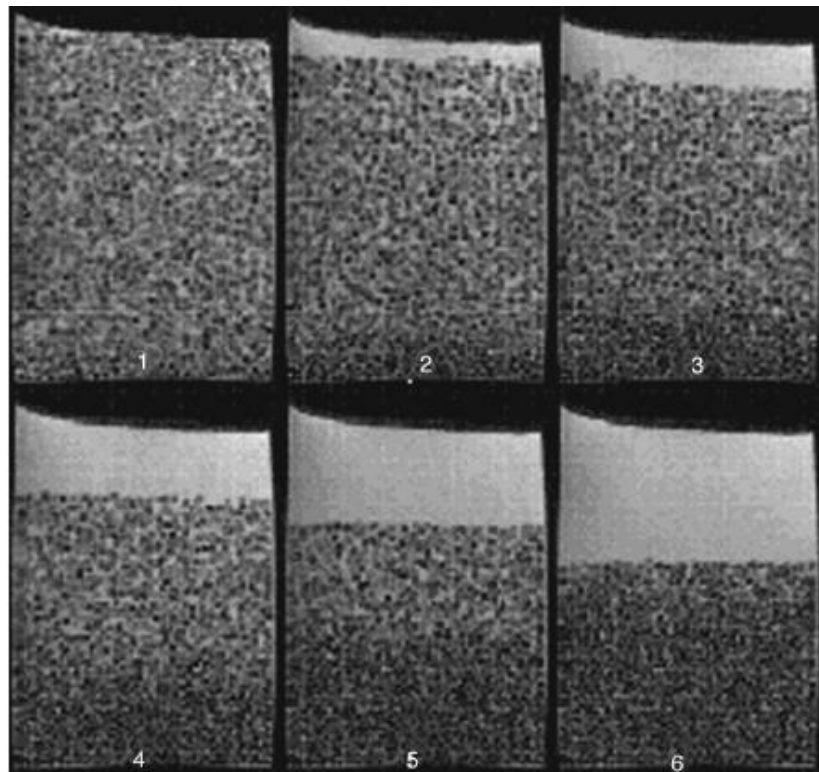


Figura 19. Esferas de nylon sedimentando em uma solução de CMC tipo Newtoniana. Imagens de 1-6 correspondem aos tempos de 7, 49, 91, 133, 175 e 217 minutos, respectivamente.

Fonte: Bobroff e Phillips (1998).

O resultado é um processo homogêneo ao longo de todo o tempo de sedimentação analisado, com uma interface bem definida e, segundo Bobroff e Phillips (1998), com velocidade de sedimentação aproximadamente constante.

O fluido viscoelástico usado nos experimentos é uma solução de 2% p/p de poliacrilamida e 2% p/p de carboximetilcelulose. As imagens obtidas são apresentadas na Figura 20. No início do processo, as esferas exibem uma microestrutura homogênea. Posteriormente, são desenvolvidas colunas de partículas, orientadas na direção da gravidade.

Essas estruturas tornam-se mais definidas à medida que o tempo avança, até no final onde parecem desmoronar. De acordo com Bobroff e Phillips (1998), a velocidade de sedimentação não é linear.

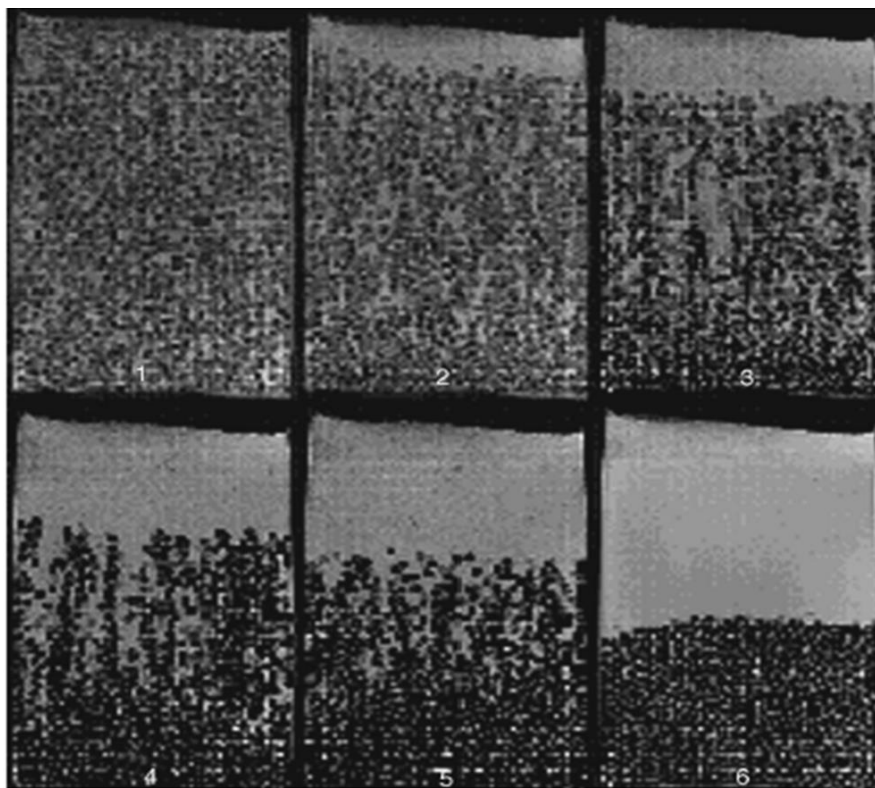


Figura 20. Esferas de nylon sedimentando em um fluido viscoelástico. Imagens de 1-6 correspondem aos tempos de 0, 11, 35, 72, 130 e 216 horas, respectivamente.

Fonte: Bobroff e Phillips (1998).

As imagens obtidas por Bobroff e Phillips (1998) mostram claramente que as diferenças qualitativas entre sedimentação em fluidos Newtonianos e não-Newtonianos estão ligadas a mudanças microestruturais ao nível de partículas, e são determinadas por interações hidrodinâmicas.

De acordo com Bobroff e Phillips (1998) a presença dessas mudanças torna altamente improvável que uma teoria ou correlação Newtoniana possa ser modificada para descrever a sedimentação em fluidos não-Newtonianos. Em vez disso, o desenvolvimento de tal teoria exigirá uma compreensão muito melhor das interações partícula-partícula e hidrodinâmicas em fluidos complexos.

Para entender melhor o comportamento de fluidos com comportamento pseudoplástico é interessante discutir o trabalho de Daugan et al. (2002). Este estudo é apresentado em Parte I e Parte II, em dois artigos separados. Na Parte I foi feita uma análise do comportamento de duas esferas caindo em uma solução aquosa de goma xantana. Porém, diferentemente de Joseph et al. (1994), os autores estudam as esferas caindo em uma mesma trajetória vertical e não lado-a-lado. Na Parte II o estudo apresentou o comportamento de três esferas. Em 2004 os mesmos autores também publicaram um estudo sobre o comportamento de suspensões, que será mais detalhado adiante.

O aparato experimental utilizado por Daugan et al. (2002) (Figura 21) consiste em uma célula, contendo o fluido, fechada na parte superior com apenas uma abertura, por onde as partículas caem inicialmente. Essa abertura faz com que as partículas se mantenham na mesma trajetória vertical. Na parte de trás do aparato há uma fonte de luz, para ajudar na

visualização do comportamento e na parte da frente imagens são captadas por uma câmera. Com este aparato experimental foi possível também controlar a distância de queda inicial entre as partículas.

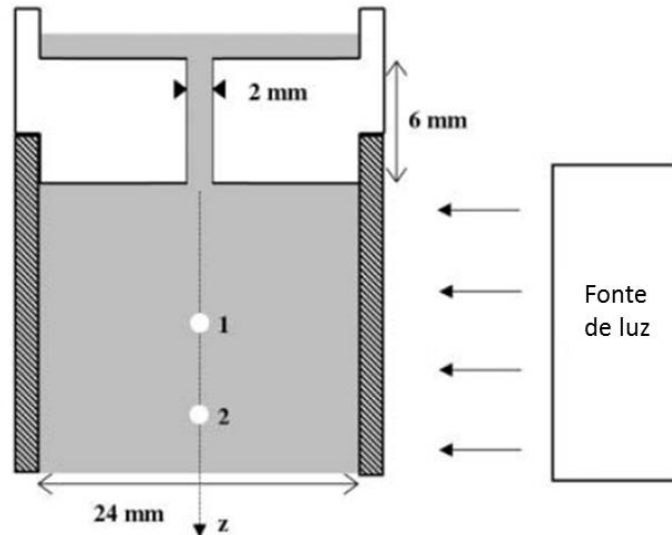


Figura 21. Aparato experimental utilizado por Daugan et al. (2002).

Fonte: Daugan et al. (2002) – Parte I

Analisando as imagens obtidas pela câmera, Daugan et al. (2002) obtiveram os seguintes gráficos de posição em função do tempo (Figura 22 e Figura 24). Na Figura 22 a distância de queda inicial é de vinte vezes a medida do diâmetro das partículas.

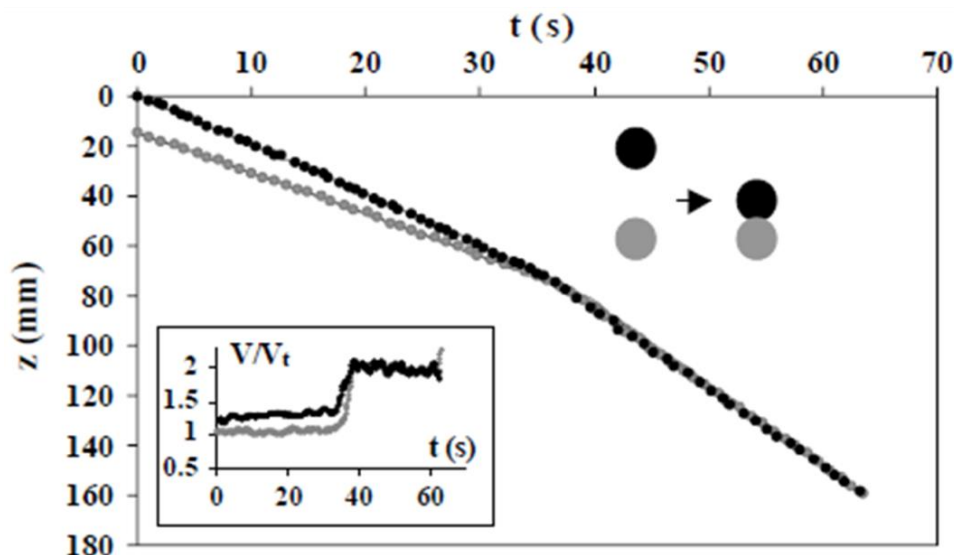


Figura 22. Posições em função do tempo de duas partículas caindo ao longo de suas linhas de centro com $d_0/2a \approx 20$.

Fonte: Daugan et al. (2002) – Parte I

A primeira esfera a cair é representada em cinza na Figura 22. Até cerca de trinta e cinco segundos a sua trajetória é linear com uma certa inclinação. A segunda esfera é representada na cor preta. Perceba que, até trinta e cinco segundos, a trajetória dessa esfera tem uma inclinação diferente, indicando que sua velocidade é maior. Após os trinta e cinco segundos iniciais as duas esferas caem juntas, em trajetórias lineares e de mesma inclinação.

A velocidade das esferas também pode ser acompanhada no gráfico menor apresentado no canto inferior da Figura 22. Neste segundo gráfico a velocidade é normalizada com a velocidade terminal de uma única esfera. Note que a primeira esfera, cinza, tem a razão V/V_t igual a 1. Isso indica que essa esfera tem a sua velocidade igual a velocidade terminal, ou seja, não influencia alguma em seu movimento. Já a segunda esfera, preta, tem a relação V/V_t maior que a unidade, indicando uma velocidade maior que a velocidade terminal. Sendo assim, Daugan et al. (2002) perceberam que algo influenciou o movimento dessa esfera. Os autores atribuíram essa influência à existência de corredores de viscosidade reduzida, termo definido por Joseph e Liu (1993). Quando a primeira esfera cai, ocorre um cisalhamento no fluido e, como as soluções de goma xantana são pseudoplásticas, a viscosidade diminui. Sendo assim, ao longo da trajetória da partícula, são criados os corredores de viscosidade reduzida, que permanecem abertos durante o tempo de relaxação do fluido. Yu, Wachs e Peysson (2006) retrataram bem o fenômeno na Figura 23.



Figura 23. Corredores de viscosidade reduzida.
Fonte: Yu, Wachs e Peysson (2006)

Ainda sobre a Figura 22, é importante perceber que aos trinta e cinco segundos as duas esferas se encontram e, juntas, com um peso maior, caem com uma velocidade maior do que suas velocidades isoladas. Ou seja, as duas esferas, quando juntas, cisalham mais o fluido e enfrentam uma viscosidade ainda menor.

Caso o tempo de queda entre uma esfera e outra, em uma mesma trajetória vertical, seja superior ao tempo de relaxação do fluido, a segunda esfera não irá encontrar o corredor de viscosidade reduzida. O fluido já terá recuperado sua estrutura retomando a viscosidade inicial. Esse efeito foi observado por Daugan et al. (2002) quando a distância de queda inicial foi de quarenta vezes o diâmetro das partículas (Figura 24).

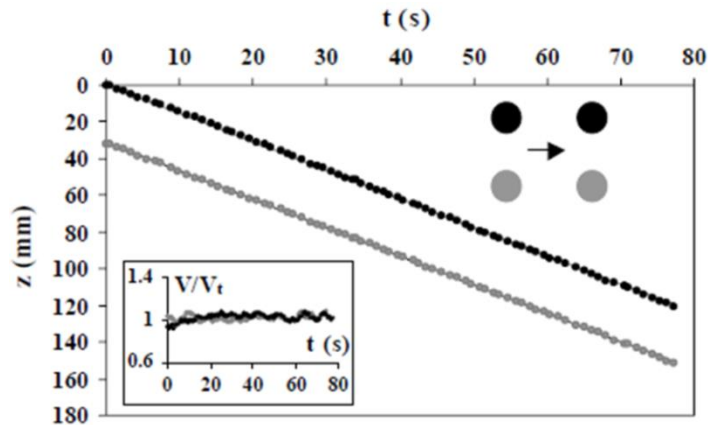


Figura 24. Posições em função do tempo de duas partículas caindo ao longo de suas linhas de centro com $d_0/2a \approx 40$.

Fonte: Daughan et al. (2002) – Parte I

Nesse caso, é possível perceber que o movimento da primeira partícula não influenciou no movimento da segunda. Ambas as partículas caem isoladas em trajetórias lineares com a mesma inclinação e suas velocidades são iguais à velocidade terminal.

Daughan et al. (2002), na Parte II da publicação, também apresentam gráficos para o comportamento de três partículas (Figura 25). Da mesma forma, as partículas encontrarem, ou não, o corredor de viscosidade reduzida dependeu da distância de queda inicial entre elas. Na Figura 25 (a) a distância foi grande o suficiente para que nenhuma partícula influenciasse no movimento de outra. Já na Figura 25 (b) a distância entre as duas primeiras partículas foi suficiente para que a segunda encontrasse o corredor de viscosidade reduzida, mas a terceira partícula caiu isolada das demais. A Figura 25 (c) mostra um comportamento interessante onde a terceira partícula entra no corredor de viscosidade reduzida e encontra a segunda partícula, ambas caem juntas com uma velocidade maior e, só assim, encontram com a primeira partícula, que caía isolada até então.

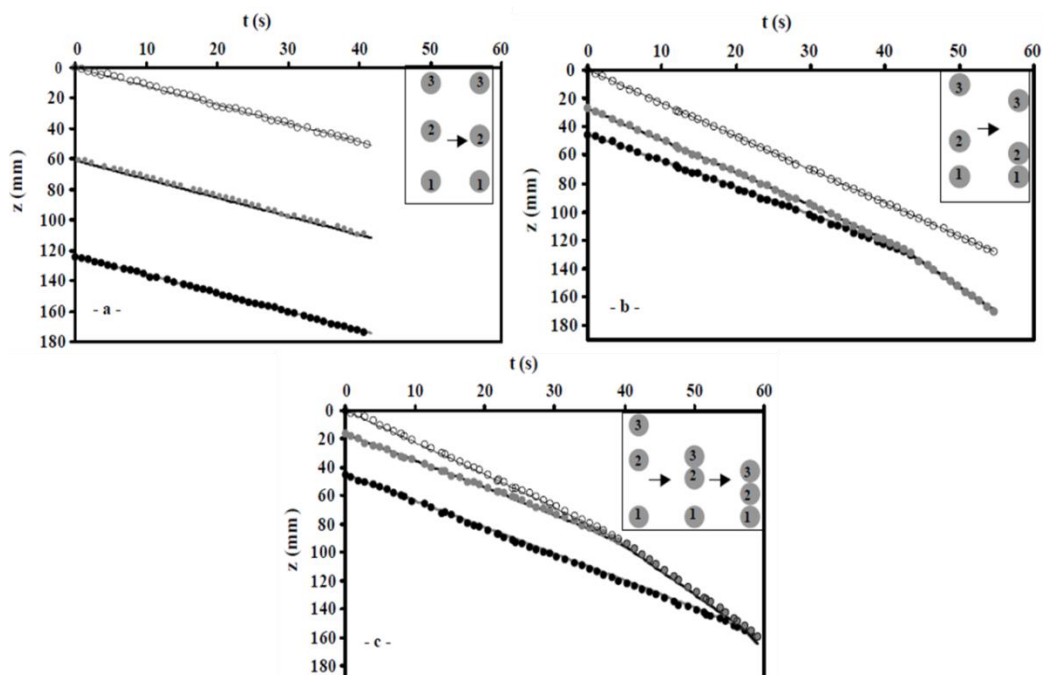


Figura 25. Posições em função do tempo de três partículas caindo ao longo de suas linhas de centro com (a) $d_{120}/2a \approx 83$ e $d_{230}/2a \approx 80$, (b) $d_{120}/2a \approx 24$ e $d_{230}/2a \approx 36$ e (c) $d_{120}/2a \approx 37$ e $d_{230}/2a \approx 22$.

Fonte: Daughan et al. (2002) – Parte II

O encadeamento de partículas causado pela existência de corredores de viscosidade reduzida justifica os resultados encontrados por Bobroff e Phillips (1998). Ao que parece as partículas tendem a sedimentar formando as estruturas de cadeias, devido à menor resistência ao escoamento encontrada nessa trajetória.

Sendo a sedimentação um processo mais complexo, com um número bem maior de partículas envolvidas, Daugan et al. (2004) estudaram o comportamento de uma suspensão de partículas de zircônia em uma solução aquosa de goma xantana (1500 ppm). O resultado obtido é apresentado na Figura 26, onde as imagens representam uma sequência do tempo de sedimentação. Os autores utilizaram uma célula de acrílico, contendo a suspensão, com uma fonte de luz na parte de trás. As partículas impedem a passagem da luz, portanto as regiões mais escuras são regiões com presença de partículas e as regiões mais claras com ausência das mesmas.

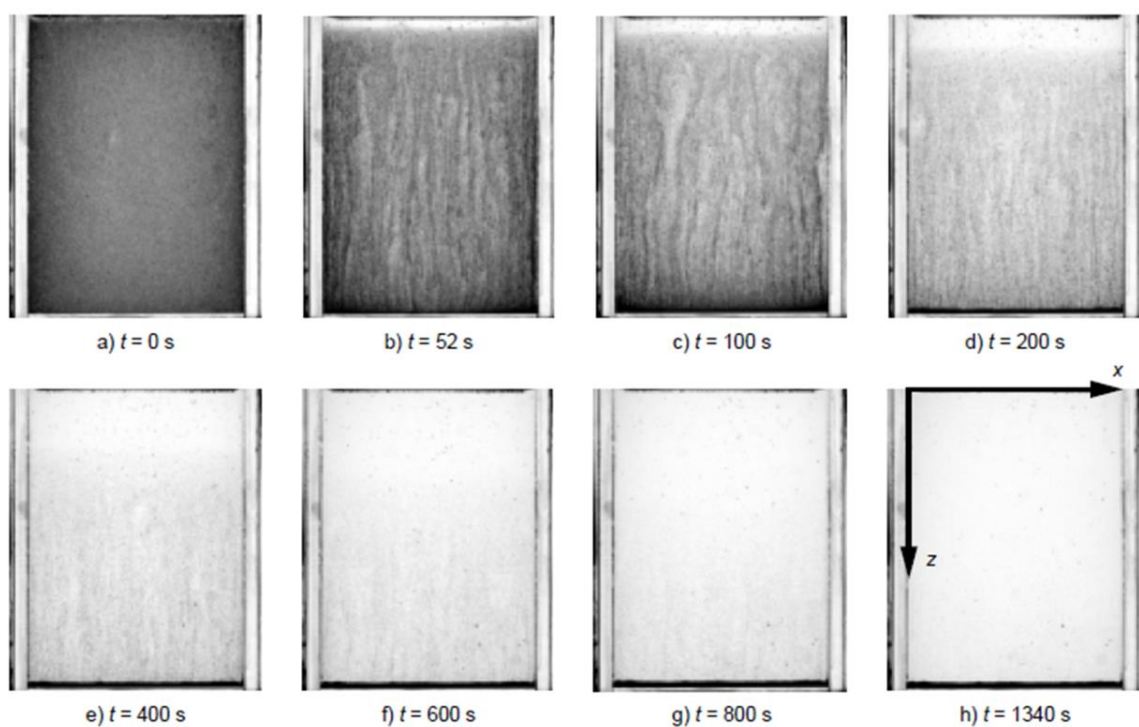


Figura 26. Diferentes tempos de sedimentação de uma suspensão em fluido pseudoplástico.

Fonte: Daugan et al. (2004).

A primeira imagem representa o início do processo, onde todas as partículas estão em suspensão de forma homogênea. Já na última imagem as partículas sedimentaram por completo e vemos uma imagem bem clara, com total passagem de luz. As imagens intermediárias retratam o comportamento durante a sedimentação, e podemos perceber que ocorre o processo de encadeamento das partículas, visto que existem regiões escuras bem definidas em contraste com regiões mais claras.

Daugan et al. (2004) conseguiram medir o número de colunas de partículas em função da concentração de polímero e da fração volumétrica inicial de partículas utilizada. De acordo com eles, a concentração do polímero não influenciou o número de colunas, somente o tempo de sedimentação, devido a maior ou menor viscosidade do fluido. Já um aumento na fração volumétrica inicial de partículas influenciou de forma praticamente linear no aumento do número de colunas. Os resultados podem ser vistos na Figura 27 (a) e (b), respectivamente.

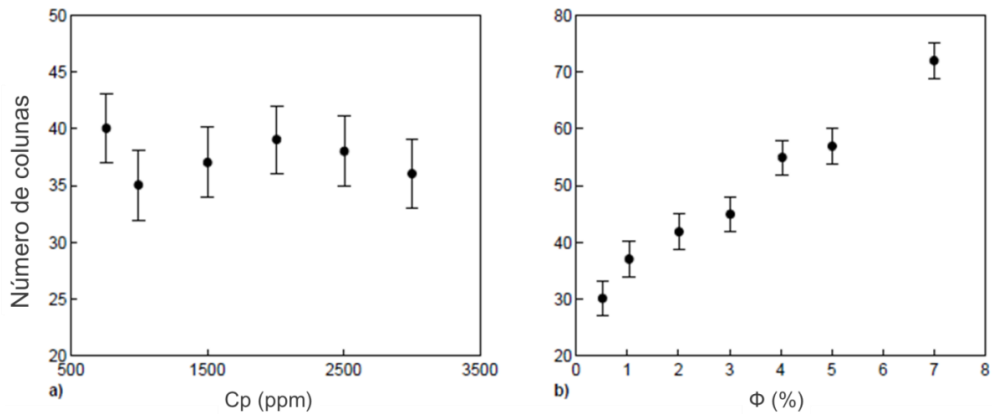


Figura 27. Influência no número de colunas verticais de partículas devido à (a) concentração de polímero e de (b) fração volumétrica inicial de partículas. Fonte: Daugan et al. (2004).

Outra observação interessante de Daugan et al. (2004) é devido ao tempo de sedimentação em função da fração volumétrica inicial de partículas (Figura 28). Ao contrário do que é observado nos fluidos Newtonianos, em fluidos pseudoplásticos o aumento na quantidade de sólidos diminui o tempo de sedimentação.

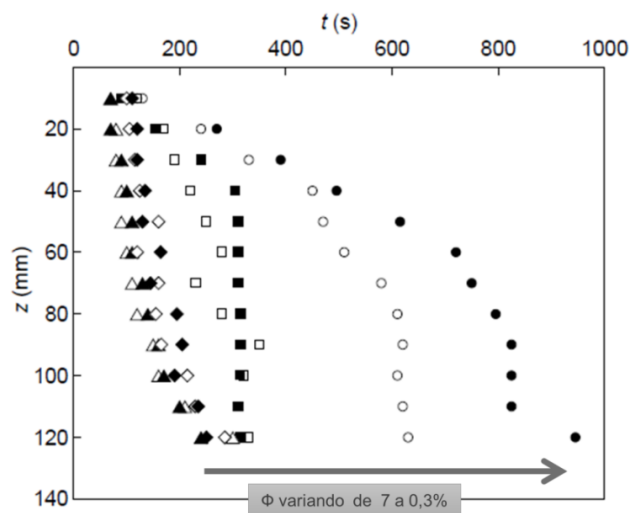


Figura 28. Posição em função do tempo para curvas com fração volumétrica de partículas inicial variando de 7 a 0,3%, da esquerda para a direita ($C_p=1500$ ppm). Fonte: Adaptada de Daugan et al. (2004).

Na Figura 28 pode ser observada uma variação decrescente na fração de partículas inicial (de 7 a 0,3%), da esquerda para a direita. A curva característica da fração volumétrica de 7% foi a que apresentou menor tempo de sedimentação, e a curva de 0,3% o maior tempo. Esse comportamento também é justificado pela existência dos corredores de viscosidade reduzida. Uma quantidade maior de partículas sedimentando conseguem manter os corredores de viscosidade reduzida abertos por mais tempo, e quanto mais partículas, maior é o cisalhamento e menor a viscosidade do fluido, portanto uma sedimentação mais rápida.

Moreira, Arouca e Damasceno (2017) deram um grande passo no estudo da sedimentação de materiais particulados em regiões com altas concentrações de sólidos. Os autores publicaram um trabalho onde apresentam uma análise quantitativa acerca dos processos de sedimentação de partículas de carbonato de cálcio em fluidos Newtonianos e não-Newtonianos (glicerina/água 92% v/v e solução de goma xantana 0,2% p/p, respectivamente). A técnica de atenuação de raios gama foi utilizada para monitorar a concentração de sólidos em diferentes cotas da sedimentação. Os resultados revelaram

diferenças significativas no comportamento de partículas sedimentando em fluidos Newtonianos e não-Newtonianos, conforme é ilustrado na

Figura 29.

Os resultados apresentados a seguir são gráficos de concentração de partículas em função do tempo de sedimentação. Na

Figura 29 (a) estão os dados obtidos para fluidos Newtonianos e em (b) para não-Newtonianos. As cotas de altura (z) são medidas em centímetros em relação ao fundo da coluna de sedimentação utilizada nos experimentos.

Foram identificadas três regiões com comportamentos distintos. No fluido Newtoniano podem ser observadas as Regiões I e III, e no Fluido não-Newtoniano as três regiões estão presentes.

A Região I está relacionada com as camadas superiores da coluna de sedimentação, onde, no fluido Newtoniano, a concentração de sólidos permaneceu inicialmente constante, mas tendeu a zero após um dado período de tempo. No fluido não-Newtoniano o decaimento da concentração começa desde o tempo inicial e também tende a zero. A Região II só foi observada no fluido não-Newtoniano. Neste caso, a concentração aumenta até certo valor e em seguida diminui tendendo a zero novamente. Já a Região III, no inferior da coluna de sedimentação, a concentração de sólidos aumentou continuamente ao longo do tempo até se estabilizar, indicando a compactação final do sedimento.

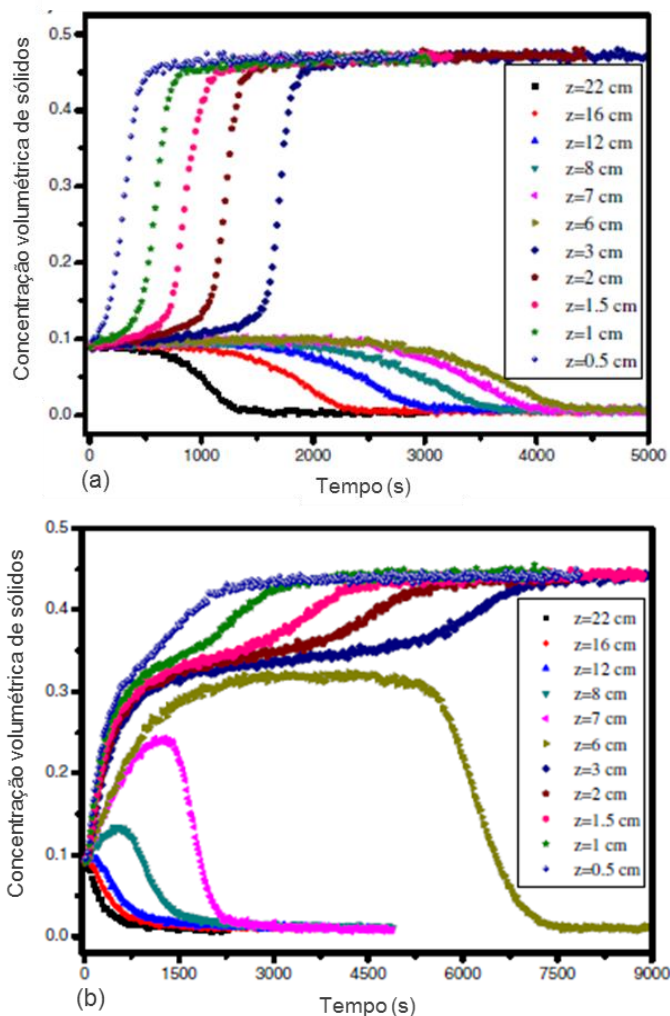


Figura 29. Variação na concentração de sólidos em função do tempo de sedimentação para (a) um fluido Newtoniano e em (b) um fluido pseudoplástico.

Fonte: Moreira, Arouca e Damasceno (2017).

O fato de a concentração tender a zero nas Regiões I e II indica a presença de fluido clarificado e a passagem da interface superior (sólido-clarificado) é marcada pela queda brusca da concentração. A interface inferior demarca a região de compactação e é identificada pelo aumento íngreme da concentração. A passagem de cada uma das interfaces pode ser acompanhada no tempo, onde a maior cota é a primeira a clarificar, seguida das demais em sequencia. E, da mesma forma, a menor cota é a primeira a compactar.

Segundo Moreira, Arouca e Damasceno (2017), o aumento na concentração de sólidos nas cotas intermediárias da coluna de sedimentação (Região II) está relacionado com a ocorrência dos corredores de viscosidade reduzida e o encadeamento de partículas. As cadeias de partículas justificam a maior concentração e, devido aos corredores de viscosidade reduzida formados, o decaimento da concentração começa desde o tempo inicial (Região I). Isso explica o motivo da sedimentação, inicialmente, ser mais rápida no fluido não-Newtoniano. Quando as colunas de partículas se desfazem a sedimentação se torna mais lenta.

É interessante notar que, tanto para o fluido Newtoniano quanto para o fluido não-Newtoniano, a concentração inicial foi a mesma e a final também, indicando que a compactação das partículas ocorreu na mesma cota da coluna de sedimentação. Ou seja, a diferença entre os fluidos se dá na dinâmica da sedimentação ao longo do tempo, mas no fim ambas apresentam a mesma altura de sedimento.

Frente os resultados apresentados por Moreira, Arouca e Damasceno (2017), e também dos demais trabalhos revisados, podemos fazer uma comparação com os resultados de Silva (2017). De acordo com esta autora, filtrações com sedimentação prévia em fluidos Newtonianos resultavam em menores volumes de filtrado em relação a filtrações convencionais. Em contraste, para fluidos não-Newtonianos o volume de filtrado era maior. Como Moreira, Arouca e Damasceno (2017) mostraram, a dinâmica da sedimentação é diferente para fluidos Newtonianos e não-Newtonianos, o que está de acordo com os dados de Silva (2017). A existência dos corredores de viscosidade reduzida e do encadeamento de partículas pode ter favorecido a estrutura da torta formada com sedimentação prévia no fluido não-Newtoniano, de forma a deixá-la mais porosa e permeável, justificando o maior volume de filtrado. Outro ponto de comparação é devido ao tempo de sedimentação ser maior para fluidos não-Newtonianos, indicando que no tempo analisado por Silva (2017) talvez o sedimento previamente formado não estivesse tão compacto, quando comparado com o sedimento do fluido Newtoniano. Sendo assim, percebemos que o estudo da filtração com sedimentação e da sedimentação em fluidos não Newtonianos ainda necessita de novas observações. Neste trabalho será feita uma análise complementar com o intuito de elucidar melhor os fatos. No próximo capítulo será apresentada a metodologia utilizada.

CAPÍTULO III

3 MATERIAL E MÉTODOS

O fluido de perfuração estudado é um fluido base água, tendo goma xantana como viscosificante, barita como adensante e glutaraldeído como biocida. A sedimentação da barita foi avaliada em testes de proveta e também em uma unidade construída com um microscópio de leitura online. Foram feitos testes de mudança de escala para a sedimentação, utilizando provetas e béqueres com diferentes diâmetros e alturas. A filtração foi estudada através de experimentos com e sem sedimentação prévia, utilizando células de filtração HTHP.

3.1 Material

3.1.1 Material viscosificante – Goma Xantana

A goma xantana é um biopolímero com grande aplicação industrial. Por apresentar cadeias longas e alto peso molecular uma pequena quantidade é necessária para obter soluções altamente viscosas, com grande resistência à degradação em relação à temperatura e ao pH. Na indústria de petróleo é muito utilizada como agente viscosificante em fluidos de perfuração base água.

Neste trabalho foi utilizado um pacote de 100 gramas de goma xantana da marca Leve Crock (Figura 30).



Figura 30. Material viscosificante – Goma xantana.
Fonte: autoria própria.

3.1.2 Material adensante - Barita

Uma das funções do fluido de perfuração é manter a pressão dentro de certos limites (janela operacional), onde a pressão deve ser maior que a pressão de poros, evitando a migração indesejada de fluidos da formação para o interior do poço, e deve ser menor que a pressão de fratura da rocha, para a garantia da integridade da estrutura. No projeto do fluido de perfuração, uma das propriedades que devem ser consideradas para manter a pressão dentro da janela operacional é a densidade do fluido. Para isso é utilizado um material

adensante. No Brasil, o adensante mais comum é a barita, um mineral de elevado peso específico com composição majoritária de sulfato de bário. Sendo assim, a barita foi escolhida como material adensante desse trabalho.

A barita utilizada é da mineradora Vale do Juquiá categoria MMS-10 (Figura 31. Material adensante – Barita MMS-10.). Para os experimentos feitos foi necessário um saco de 25 Kg.



Figura 31. Material adensante – Barita MMS-10.
Fonte: Autoria própria.

3.1.3 Agente biocida - Glutaraldeído

Devido à utilização da goma xantana como viscosificante, é necessário acrescentar à formulação do fluido um agente biocida. A goma xantana é um biopolímero e, quando utilizada em formulações aquosas, pode agir como nutriente para fungos e bactérias, contaminando o fluido e fazendo com que o mesmo se degrade, perdendo sua viscosidade característica. O biocida utilizado neste trabalho é o glutaraldeído. Foi utilizado um frasco de 1L da marca Vetec (Figura 32).



Figura 32. Agente biocida – Glutaraldeído.
Fonte: Autoria própria.

3.1.4 Meio filtrante

Para os ensaios de filtração é necessária a utilização de um meio filtrante que suporte a pressão aplicada. Neste trabalho é utilizado o papel de filtro da marca Ofite (Figura 33), com especificações conforme a Tabela 1. Especificações do meio filtrante.



Figura 33. Meio filtrante – Papel de filtro.
Fonte: autoria própria.

Tabela 1. Especificações do meio filtrante.

Quantidade	Diâmetro	Espessura	Gramatura	Retenção de partículas	Vazão de água
100 unidades	2,5 polegadas	115 μm	96 g/m^2	2,7 μm	10 mL/min

Fonte: Ofite (2018).

3.2 Métodos

3.2.1 Caracterização do material adensante

Para caracterizar a barita foram feitas análises da densidade e da distribuição do tamanho de partículas.

A medida de densidade foi feita por meio da técnica de picnometria a gás, utilizando o equipamento AccuPyc 1330 da marca Micromeritics (Figura 34),



Figura 34. Picnômetro a gás - AccuPyc 1330.
Fonte: Micromeritics (2018).

e a distribuição do tamanho de partículas foi feita por meio do equipamento Malvern – Mastersizer 2000 Hydro 2000 UM (Figura 35).



Figura 35. Analisador de partículas - Malvern Mastersizer 2000 Hydro 2000 UM.

Fonte: autoria própria.

3.2.2 Preparo do fluido

Neste trabalho foi estudado um fluido base água, utilizando goma xantana, barita e glutaraldeído nas concentrações indicadas na Tabela 2 a seguir

Tabela 2. Formulação do fluido estudado.

Goma Xantana	Barita	Glutaraldeído
0,5 lb/bbl	15% v/v	0,5 lb/bbl

Fonte: autoria própria.

Para o preparo do fluido, o volume de água deionizada foi medido em uma proveta e transferido para um béquer. Utilizando o agitador mecânico Fisatom 722D (Figura 36) a massa de goma xantana, pesada em balança analítica, foi adicionada com cuidado para evitar a formação de grumos. A rotação utilizada foi de 1300 rpm por cinco minutos. Foi verificado que essa rotação é suficiente para dispersão do viscosificante sem que muitas bolhas sejam formadas. Durante o tempo de agitação o volume de glutaraldeído, avolumado em uma pipeta graduada, foi adicionado.



Figura 36. Agitador de fluidos - Fisatom 722D.

Fonte: autoria própria.

Para total solubilização do polímero, o fluido base era deixado em repouso por 24 horas. Esse tempo de espera é chamado de tempo de hidratação. É importante respeitar esse tempo para que erros experimentais devido a variações de viscosidade sejam evitados.

Após o tempo de hidratação, novamente o fluido era colocado em um béquer e, utilizando o mesmo agitador mecânico, a massa de barita era adicionada. A rotação utilizada foi de 600 rpm durante 20 minutos. A rotação é bem mais baixa quando o fluido base é agitado, isso se deve ao fato de tentar ao máximo evitar a formação de bolhas no fluido, que podem resultar em erros experimentais nos processos de sedimentação e filtração. Sendo assim, um tempo maior de agitação foi necessário.

É importante ressaltar que o fluido deve sempre ser preparado e utilizado logo em seguida. Como a influência da sedimentação é estudada, é necessário que todos os sólidos estejam em suspensão quando os experimentos forem iniciados.

3.2.3 Análise da densidade da suspensão

Após o preparo é necessário verificar a densidade do fluido. Foi utilizada uma balança de lama da marca Fann Instrument (Figura 37).

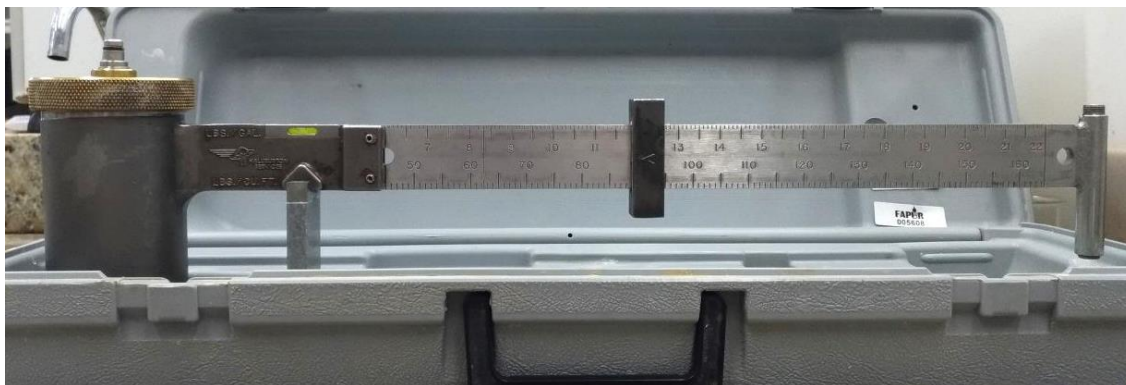


Figura 37. Balança de lama – Fann Instrument TruWate 141.

Fonte: autoria própria.

A balança possui um recipiente com volume fixo onde o fluido é adicionado, com o auxílio de uma pipeta própria do equipamento todo o ar atmosférico ou bolhas são removidos para uma aferição mais precisa. A medida da densidade é feita manualmente buscando encontrar o equilíbrio entre a massa de fluido e a massa do peso de medida.

3.2.4 Análise reológica

A análise reológica é importante para a caracterização do fluido base. Utilizando um reômetro, é possível entender o comportamento do fluido quando uma força externa é aplicada. Neste trabalho, foi utilizado o reômetro HAAKE – Rheostress 1 com a geometria de cilindros coaxiais DG 43 Ti (Figura 38).



Figura 38. (a) Reômetro Haake RheoStress 1; (b) geometria de cilindros coaxiais.

Fonte: autoria própria.

Para a análise reológica foram feitos os seguintes testes: varredura de tensão, determinação do *yield point*, varredura de frequência, oscilação no tempo e curva de fluxo. A finalidade de cada teste será detalhada a seguir. Todos os testes foram feitos a 25 °C.

- Varredura de tensão

A varredura de tensão é o primeiro teste feito em uma caracterização reológica. É um teste oscilatório que tem como finalidade determinar a região de viscoelasticidade linear do material. Neste teste, é aplicada uma frequência que se mantém fixa, enquanto a tensão cisalhante varia em uma determinada faixa. São analisados os módulos elástico (G') e viscoso (G'') em função da tensão cisalhante. A região onde as curvas características dos módulos G' e G'' são paralelas é a região de viscoelasticidade linear. Nessa região, ambos os módulos são independentes da tensão.

Neste trabalho, a maior finalidade dos testes reológicos é entender o comportamento do fluido durante a sedimentação. É necessário estipular a faixa de frequência a ser analisada, de acordo com o processo estudado. Para a sedimentação, a frequência utilizada nos testes deve ser baixa, devido às pequenas taxas de cisalhamento características do processo.

A varredura de tensão foi feita mantendo a frequência fixa de 1 Hz e variando a tensão de 0,001 a 100 Pa.

- Determinação do *Yield Point*

Soluções de goma xantana são conhecidas por apresentar uma tensão limite de escoamento (*yield point*). É importante conhecer o valor da tensão limite para saber a partir de qual valor o fluido começa a escoar. Existem várias formas para determinar o *yield point* e, neste trabalho, ela foi feita por meio da análise da variação da viscosidade aparente em relação à tensão cisalhante. Foi aplicada uma faixa de tensão de 0 a 1 Pa durante 600 segundos.

- Varredura de frequência

O comportamento viscoelástico do fluido é determinado por meio do teste de varredura de frequência. Os módulos elástico (G') e viscoso (G'') são analisados em função de uma faixa de frequência de interesse. É possível determinar se um material é mais viscoso do que elástico, ou vice-versa. A faixa de frequência utilizada deve estar de acordo com a frequência utilizada no teste de varredura de tensão. Devido ao estudo da sedimentação, o teste foi realizado em baixas frequências, de 0,001 a 1 Hz. A tensão aplicada deve estar dentro da região de viscoelasticidade linear e deve também ser maior que o *yield point*.

- Oscilação no tempo

Análises em baixas frequências demoram bastante tempo para serem processadas. Durante esse tempo podem ocorrer interferências externas no material, como evaporação por exemplo. O teste de oscilação no tempo deve ser feito após a varredura de tensão e de frequência, que são os testes mais longos, para saber o maior tempo gasto nas análises. Neste teste, tanto a tensão quanto a frequência são constantes, sendo o tempo a única variável. Os módulos elástico e viscoso são acompanhados e devem permanecer constantes durante todo o tempo analisado, indicando que não houve nenhuma variação devido a interferências externas e os resultados da varredura de tensão e frequência estão corretos.

- Curva de fluxo

A curva de fluxo é o teste reológico mais conhecido. Nesse teste é aplicada uma taxa de cisalhamento e a viscosidade do fluido é acompanhada durante o tempo. De acordo com o resultado pode-se determinar se a viscosidade aparente diminui ou aumenta em relação à taxa de cisalhamento, caracterizando o comportamento do fluido. Nesse trabalho o teste foi feito aplicando uma taxa de cisalhamento de 0 a 100 s^{-1} durante 300 segundos.

3.2.5 Estudo da sedimentação

Entender a sedimentação de partículas em fluidos viscoelásticos é essencial para a conclusão desse trabalho. Foi feito o tradicional teste de proveta, onde a altura da interface foi acompanhada durante o tempo de sedimentação. Também foi utilizado um microscópio de leitura online para a visualização da sedimentação. Uma unidade foi criada com o objetivo de coletar imagens e entender melhor como ocorre o processo. A fim de determinar como os testes de bancada se relacionam com o caso real da região anular, que tem dimensões muito maiores, foram feitos diversos testes de sedimentação em provetas de diferentes diâmetros e alturas para determinar a mudança de escala.

- Teste de proveta

Para coletas de altura em função do tempo de sedimentação foram utilizadas provetas de 500 mL. Devido ao encadeamento de partículas observado foi necessária a utilização de um corante para ser possível visualizar a sedimentação, que não se deu por uma interface bem definida.

- Unidade de microscopia

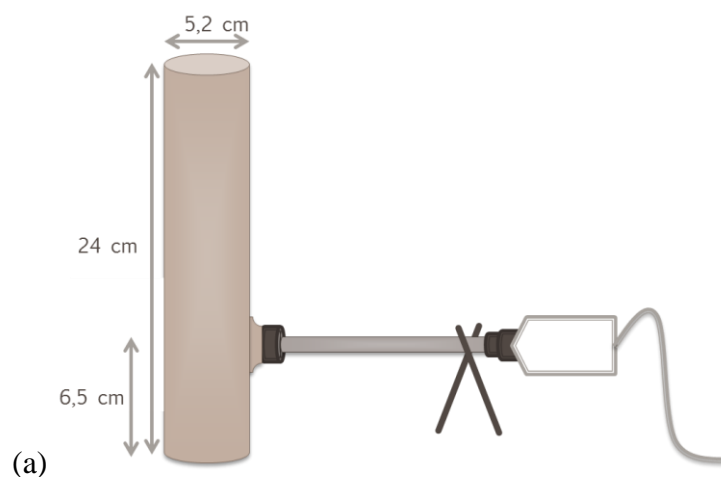
As imagens microscópicas do processo de sedimentação, obtidas com o equipamento Particle View V19 da marca Mettler Toledo (Figura 39), tiveram o objetivo de facilitar a compreensão da dinâmica da sedimentação. Esse microscópio capta imagens online em pequenos intervalos de tempo, sem a necessidade de amostragem. Basta apenas que as partículas movimentem-se próximo o suficiente da lente de safira para que o equipamento consiga estabelecer o foco e transmitir as imagens ao computador.



Figura 39. Microscópio - Particle View V19.
Fonte: Mettler Toledo (2018).

O microscópio é bem simples de manusear, sendo apenas necessário conectá-lo ao computador, em uma entrada USB, e programar o intervalo de tempo entre as imagens através do seu software próprio.

Para a visualização da sedimentação foi criada uma unidade de bancada, usando uma tubulação com saída lateral, por onde o microscópio foi introduzido. Para vedar a saída lateral foi utilizado um prensa cabo. Um esquema com as dimensões da unidade podem ser vistas na Figura 40 (a), e uma foto da mesma na Figura 40 (b).





(b)

Figura 40. Unidade de microscopia para análise dinâmica de imagens. (a) Esquema com unidades e (b) foto da unidade.

Fonte: autoria própria.

No interior da tubulação, foram introduzidos 500 mL de fluido e as imagens foram captadas a cada 30 segundos. O microscópio armazenava as imagens durante 48 horas e, quando terminado esse tempo, um novo teste devia ser programado para continuar captando imagens. Devido ao grande número de imagens, as mesmas puderam ser postas em sequência gerando um arquivo de vídeo que facilita o entendimento do processo.

- Testes de mudança de escala

A fim de entender como os resultados de bancada podem ser reproduzidos em condições reais, foram feitos ensaios de sedimentação em provetas com diferentes dimensões de altura e diâmetro. Para que os resultados fossem obtidos mais rapidamente, esses testes foram feitos usando somente água e barita. Na Tabela 3 são apresentadas as dimensões das provetas utilizadas.

Tabela 3. Dimensões das provetas do teste de mudança de escala.

Provetas	Diâmetro (cm)	Altura (cm)	H_0/D
1000 mL	6,00	34,70	5,78
500 mL	4,95	24,30	4,91
250 mL	3,81	21,75	5,71
50 mL	2,23	12,23	5,48
25 mL	1,80	9,40	5,22

Fonte: Autoria própria.

Como em todas as provetas a razão entre a altura e o diâmetro (H_0/D) foi muito próxima, os testes de mudança de escala também foram feitos utilizando béqueres, a fim comparar resultados com diferentes razões H_0/D . As dimensões dos béqueres utilizados são apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4. Dimensões dos béqueres do teste de mudança de escala.

Béquer	Diâmetro (cm)	Altura (cm)	H ₀ /D
1000 mL	10,30	11,80	1,15
500 mL	8,69	8,75	1,01
250 mL	6,60	7,20	1,09
100 mL	4,66	5,78	1,24

Fonte: Autoria própria.

Novamente a razão H₀/D foi bem próxima em todos os béqueres utilizados, mas foi diferente da razão encontrada nas provetas, permitindo uma comparação. Inclusive estão disponíveis provetas e béqueres de mesmo diâmetro e diferentes alturas (proveta: 1000 mL; béquer: 250 mL) e de mesma altura e diferentes diâmetros (proveta: 50 mL; béquer: 1000 mL), aproximadamente.

3.2.6 Estudo da filtração com sedimentação

O estudo da filtração foi feito de forma a sempre comparar uma filtração convencional, sem sedimentação, com filtrações após uma sedimentação prévia. As filtrações com sedimentação prévia foram feitas, cada uma, em diferentes tempos de sedimentação, a fim de acompanhar o processo e ter respostas sobre sua evolução.

Uma unidade de bancada foi montada utilizando uma célula de filtração HTHP.

- Unidade de filtração em bancada

A unidade montada dispôs de uma célula de filtração HTHP da marca Fann Instrument (Figura 41). As especificações do equipamento estão disponíveis na Tabela 5.



Figura 41. Célula de filtração HTHP.

Fonte: Fann Instrument (2018).

Tabela 5. Especificações da célula de filtração.

Volume	Área de filtração	Pressão máxima
175 cm ³	22,6 cm ²	1800 psi

Fonte: Fann Instrument (2018).

A pressurização ocorreu por meio da utilização de um cilindro de gás nitrogênio. A coleta do filtrado foi feita em um béquer acima de uma balança com precisão de duas casas decimais. Na Figura 42 (a) é ilustrada a unidade de filtração em bancada e na Figura 42 (b) é apresentada uma foto frontal.

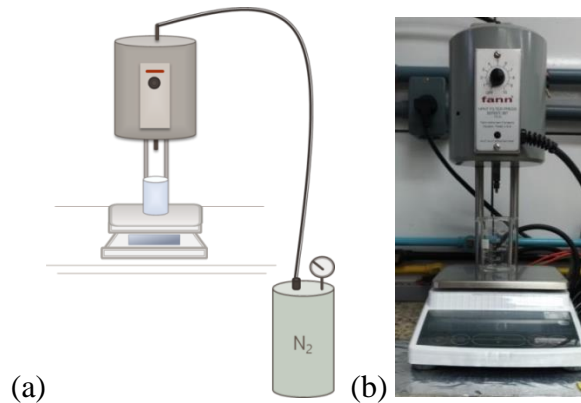


Figura 42. Unidade de filtração em bancada.
Fonte: Autoria própria.

- Análise experimental

O objetivo dos testes de filtração é comparar o volume de filtrado e as propriedades da torta em filtrações com e sem sedimentação prévia. O trabalho de Silva (2017), desenvolvido também no Laboratório de Escoamento de Fluidos Giulio Massarani, apresentou resultados de filtrações com sedimentação prévia de sete dias. Neste trabalho o objetivo foi acompanhar a sedimentação durante esses sete dias, para entender a evolução do processo e conseguir, talvez, prever condições reais em regiões anulares.

Portanto foram realizados testes de filtrações convencionais, sem sedimentação e testes com sedimentação prévia ao longo de sete dias, conforme é ilustrado na Figura 43. Como os testes são destrutivos, cada tempo de sedimentação representa um experimento diferente. O erro experimental foi calculado como o desvio padrão da tréplica feita no experimento de quatro dias de sedimentação.

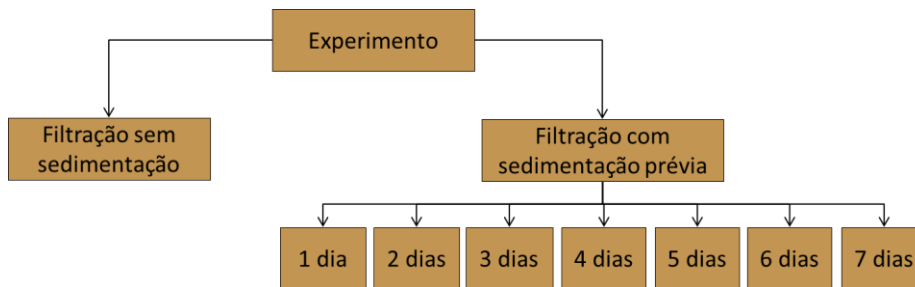


Figura 43. Fluxograma da sequência de experimentos.
Fonte: Autoria própria.

Após o preparo do fluido, conforme descrito em 3.3.2, o mesmo foi introduzido na célula de filtração, seguido de um papel de filtro, especificado em 3.1.4.

Nas filtrações sem sedimentação, a célula foi pressurizada a 500 psi, a válvula foi aberta e a massa de volume de filtrado foi coletada a cada 5 segundos durante 30 minutos.

Para as filtrações com sedimentação, o fluido foi introduzido na célula e a mesma permaneceu fechada, em repouso à pressão ambiente, durante o tempo de sedimentação de cada experimento. Após o tempo de espera a célula foi pressurizada a 500 psi e os dados foram coletados da mesma forma que em uma filtração convencional, a cada 5 segundos durante 30 minutos.

- Análise dos resultados experimentais

Ao final do experimento a célula é despressurizada e aberta para a coleta da torta de filtração. São feitas medidas da massa úmida, em uma balança analítica, e de espessura, com o auxílio de um paquímetro. A torta é então levada a uma estufa e seca durante um dia na temperatura de 105 °C. A massa seca é feita após esse período na mesma balança analítica.

A partir desses resultados experimentais é possível calcular a porosidade da torta através dos seguintes cálculos

$$\varepsilon = \frac{\text{volume de líquido}}{\text{volume total}}, \quad (1)$$

$$\varepsilon = \frac{\text{volume de líquido (vl)}}{\text{volume de sólidos (vs) + volume de líquido (vl)}}, \quad (2)$$

$$vl = \frac{\text{massa da torta úmida} - \text{massa da torta seca}}{\text{densidade do líquido}}, \quad (3)$$

$$vs = \frac{\text{massa da torta úmida} - (\text{massa de líquido})}{\text{densidade do sólido}}, \quad (4)$$

onde, ε é a porosidade da torta (-), a densidade do líquido é a densidade da água (1g/cm³), e a densidade do sólido foi medida conforme especificado em 3.2.1.

É convencional aproximar a densidade do líquido remanescente na torta como a densidade da água, pois o filtrado de fluidos base-água é composto majoritariamente por água.

Além da porosidade, também foram avaliados o volume de filtrado em função do tempo experimental de 30 minutos e do tempo de sedimentação (1 – 7 dias), a evolução da espessura da torta com o tempo de sedimentação, entre outros resultados que serão apresentados no próximo capítulo.

CAPÍTULO IV

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesse capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos de acordo com a metodologia apresentada no capítulo anterior. O objetivo do trabalho é compreender o efeito da sedimentação prévia na filtração de fluidos não-Newtonianos. Foram feitas análises de caracterização do material adensante e da reologia do fluido. A sedimentação foi estudada utilizando testes de proveta e também foi acompanhada em um microscópio online, onde foram captadas imagens do processo em tempo real. O volume de filtrado foi avaliado em experimentos de filtração com e sem sedimentação prévia, em uma célula HTHP. As propriedades da torta de filtração foram avaliadas.

4.1 Caracterização do material adensante

4.1.1 Análise granulométrica

A distribuição do tamanho de partículas de uma amostra de Barita MMS-10 pode ser vista na Figura 44. De acordo com o relatório emitido pelo equipamento Malvern Mastersizer a amostra possui diâmetro médio de Sauter de $6,672 \mu\text{m}$.

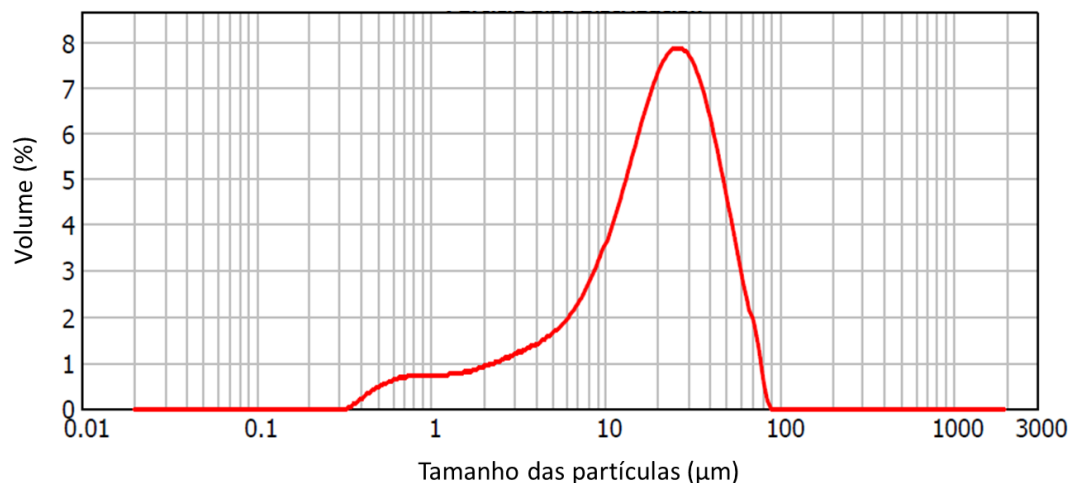


Figura 44. Análise granulométrica – Barita MMS-10.
Fonte: dados do autor.

A curva obtida é uma distribuição de tamanhos unimodal. O pico se encontra mais a direita do gráfico, indicando uma população de partículas de tamanhos maiores.

Outra informação importante contida no relatório é: 10% da amostra consegue passar através de uma peneira com abertura de $3,109 \mu\text{m}$. Ou seja, 10% da amostra têm tamanho menor que $3,109 \mu\text{m}$ e 90% têm tamanho maior, ficando retida na peneira. Também estão disponíveis resultados sobre 50 e 90% da amostra ($d(0,5)$ e $d(0,9)$, respectivamente), resumidos na Tabela 6.

Tabela 6. Diâmetros da amostra – Barita MMS-10.

Diâmetro de Sauter	d(0,1)	d(0,5)	d(0,9)
6,672 μm	3,109 μm	20,186 μm	47,726 μm

Fonte: dados do autor.

4.1.2 Análise da massa específica

Uma amostra de 20,7814 gramas de barita MMS-10 foi analisada pela técnica de picnometria a gás. Foram feitas cinco medidas de densidade do sólido (ρ_s), apresentadas na Tabela 7. A densidade considerada nesse trabalho é a média de todas as medidas.

Tabela 7. Massa específica da barita MMS-10.

ρ_{s1} (g/cm ³)	ρ_{s2} (g/cm ³)	ρ_{s3} (g/cm ³)	ρ_{s4} (g/cm ³)	ρ_{s5} (g/cm ³)	ρ_s (g/cm ³)	Desvio padrão
4,3560	4,3569	4,3555	4,3568	4,3568	4,3564	0,0006

Fonte: dados do autor.

Com o valor da densidade do material adensante foi possível calcular a quantidade de sólidos que deve ser adicionada ao fluido base para atingir a concentração de 15% v/v. A quantidade encontrada foi 0,6535 gramas de sólido / cm³ de solução, segundo o cálculo a seguir:

$$15\% v/v = \frac{15 \text{ cm}^3 \text{ sólido}}{100 \text{ cm}^3 \text{ solução}} \frac{4,3564 \text{ g sólido}}{1 \text{ cm}^3 \text{ sólido}} = 0,6535 \frac{\text{gramas de sólido}}{\text{cm}^3 \text{ de solução}} .$$

4.2 Massa específica da suspensão

Foram feitas três medidas de massa específica da suspensão (ρ_m) utilizando uma balança de lama. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 8, bem como a média e o desvio padrão entre eles.

Tabela 8. Massa específica da suspensão.

ρ_{m1} (g/cm ³)	ρ_{m2} (g/cm ³)	ρ_{m3} (g/cm ³)	ρ_m (g/cm ³)	Desvio padrão
1,4247	1,4199	1,4247	1,4231	0,0023

Fonte: dados do autor.

4.3 Análise reológica

O fluido base foi analisado em um reômetro, tendo em vista que o processo de sedimentação de pequenas partículas em um fluido não-Newtoniano ocorre em baixas taxas de cisalhamento. Portanto, a primeira definição em uma análise reológica é a faixa de frequência que será aplicada, de acordo com o processo estudado. Neste trabalho, devido à sedimentação, a faixa de frequência foi definida de 0,001 a 1 Hz.

O primeiro teste realizado foi a varredura de tensão, onde uma frequência de 1Hz foi aplicada em uma faixa de 0,001 a 100 Pa de tensão. O resultado obtido se encontra na Figura 45.

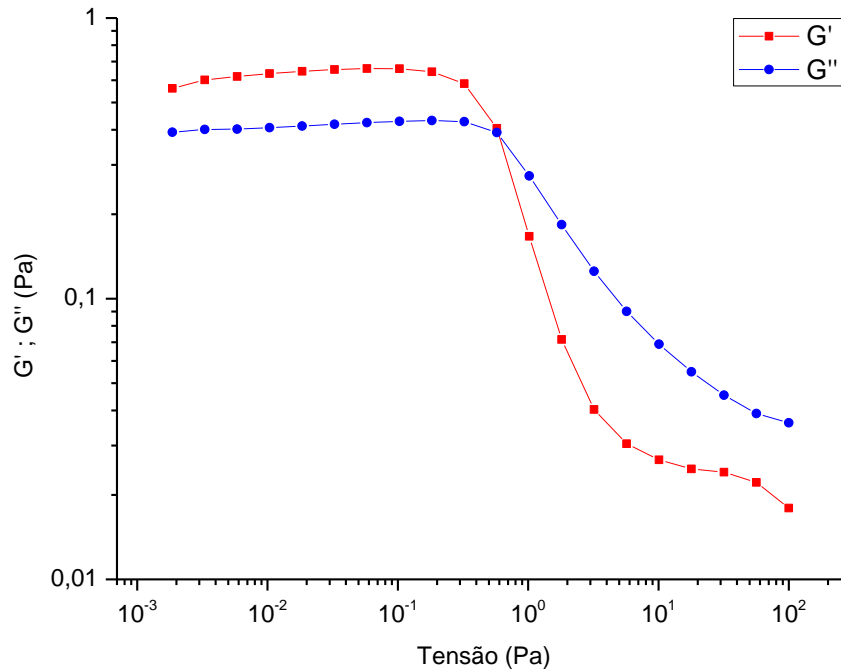


Figura 45. Varredura de tensão (0,001 – 100 Pa; 1 Hz; 25°C).
Fonte: dados do autor.

A varredura de tensão fornece informações sobre os módulos elástico (G') e viscoso (G'') em função da tensão aplicada. A região onde estes módulos são independentes da variação da tensão é a região de viscoelasticidade linear. Graficamente essa região se encontra onde os módulos são constantes. É importante determinar o fim da região de viscoelasticidade linear para definir qual valor de tensão será aplicado no teste de varredura de frequência. O reômetro utilizado fornece uma estimativa do melhor valor para o fim dessa região e neste caso informou o valor de $\tau = 0,3519$ Pa.

Porém, quando o fluido possui uma tensão limite de escoamento, esse valor também deve ser determinado antes da varredura de frequência. É importante aplicar um valor de tensão menor que 0,3519 Pa, para garantir que o valor esteja dentro da região de viscoelasticidade linear, mas também é importante que o valor seja maior que a tensão limite de escoamento, para garantir que o fluido irá escoar e assim ser possível fazer uma análise correta.

O teste para a determinação do *yield point* (tensão limite de escoamento) foi feito por meio de um experimento rotacional, onde a tensão foi controlada de 0 a 1 Pa durante 600 segundos. Foi obtida uma curva de viscosidade aparente em função da tensão, conforme a Figura 46.

Inicialmente, nos menores valores de tensão, a viscosidade aparente aumenta. A compressão sofrida pelo fluido faz com que aumente o choque entre as cadeias poliméricas da goma xantana, resultando no aumento da viscosidade. A partir de determinado valor de tensão a viscosidade aparente começa a diminuir, caracterizando o início do escoamento do fluido. Nesse ponto é determinando o valor do *yield point*, que nesse caso foi de $\tau_0 = 0,0718$ Pa.

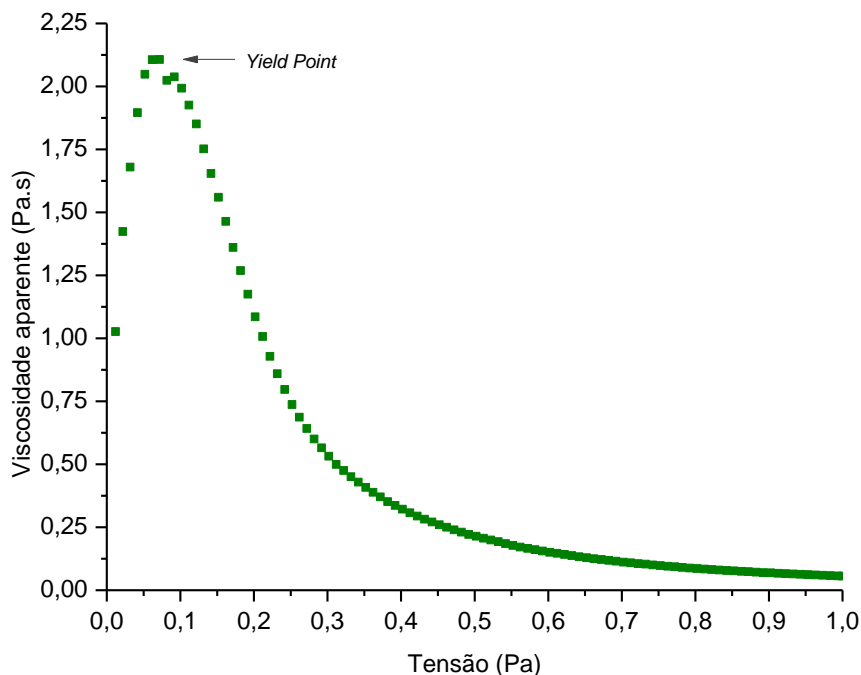


Figura 46. Teste de *yield point* (0 – 1 Pa; 600 s; 25°C).
 Fonte: dados do autor.

Sendo assim, para realizar o teste de varredura de frequência deve ser aplicada uma tensão maior que 0,0718 Pa e menor que 0,3519 Pa. Neste trabalho foi utilizado o valor de 0,3Pa. E, conforme já mencionado, a frequência foi controlada de 0,001 a 1 Hz. O resultado se encontra na Figura 47.

O teste de varredura de frequência informa o comportamento dos módulos elástico (G') e viscoso (G'') em função da frequência estudada. Esse resultado é importante para identificar as características viscoelásticas do fluido e entender melhor os processos de sedimentação e filtração.

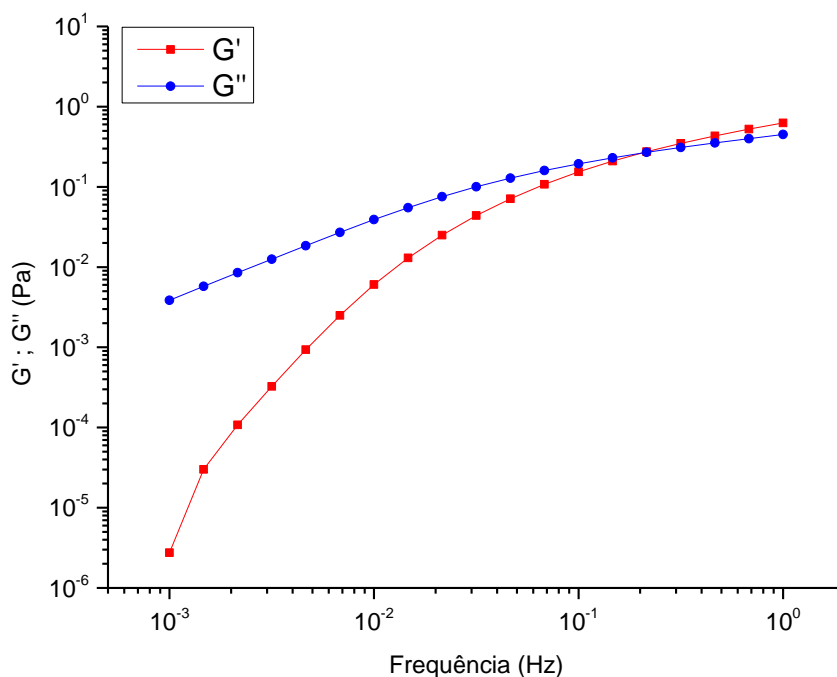


Figura 47. Varredura de frequência (0,001 – 1 Hz; 0,3 Pa; 25°C)
 Fonte: dados do autor.

A primeira informação importante a ser destacada é que ambos os módulos, G' e G'' , aumentam com o aumento da frequência. Em menores frequências o módulo viscoso é superior ao módulo elástico ($G'' > G'$). Isso indica que a natureza viscosa do fluido prevalece sobre a elástica. Essa característica favorece a sedimentação de pequenas partículas, visto que as mesmas induzem baixas taxas de cisalhamento no fluido e, em um estado mais líquido, o fluido tende a suspender menos partículas.

Em frequências maiores o comportamento elástico do fluido é superior ($G' > G''$) e, dessa forma, a suspensão será mais estável. A inversão do comportamento ocorre a partir do ponto onde os módulos se igualam ($G' = G''$), chamado de *crossover*. Neste caso o ponto de *crossover* ocorreu na frequência de 0,2035 Hz.

As análises reológicas feitas em baixas frequências demandam um grande tempo experimental. Devido a isso é importante fazer o teste de oscilação no tempo, para verificar se os resultados encontrados estão corretos ou, se devido a alguma influência externa, o teste foi prejudicado. A análise com maior tempo experimental foi a varredura de frequência, que demorou quatro horas para ser realizada. Sendo assim, para a realização do teste de oscilação no tempo, foi aplicada uma tensão de 0,3 Pa (mesmo valor aplicado na varredura de frequência) durante quatro horas. Os módulos G' e G'' foram acompanhados como pode ser visto na Figura 48.

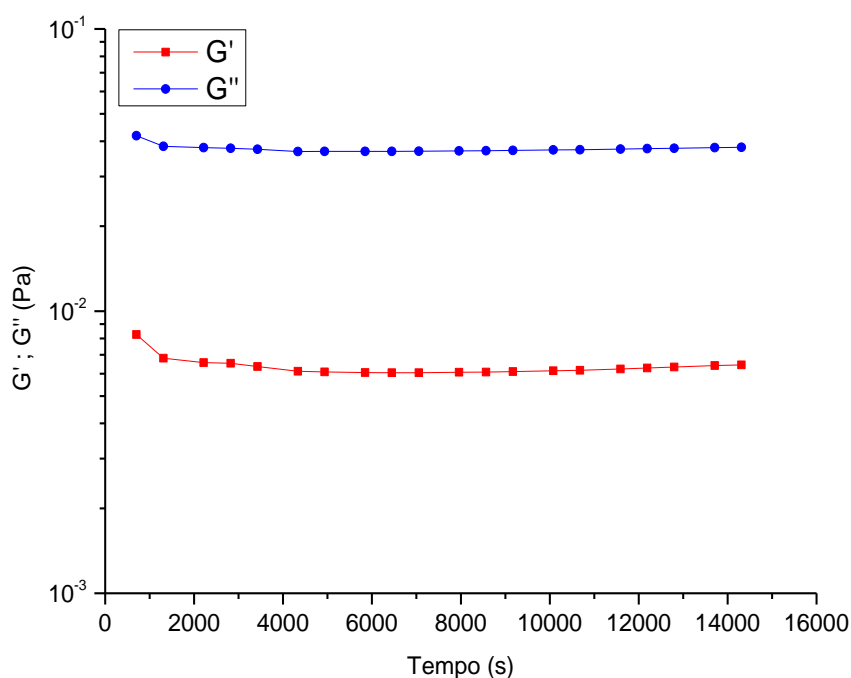


Figura 48. Teste de oscilação no tempo (0,3 Pa; 14400 s; 25°C).
Fonte: dados do autor.

Como pode ser observado, os módulos G' e G'' se mantiveram constantes durante todo o teste, indicando que não houve interferência externa, como talvez evaporação da amostra. Portanto os demais resultados estão corretos.

E, por fim, foi feita a curva de fluxo, onde a viscosidade aparente e a tensão cisalhante foram avaliadas de acordo com a variação da taxa de cisalhamento ($0-100 \text{ s}^{-1}$) durante 300 segundos. O resultado é apresentado na Figura 49.

Como a viscosidade aparente diminui com a taxa de cisalhamento o fluido é caracterizado como pseudoplástico. Esse comportamento é desejado para fluidos de perfuração. Com o aumento da taxa de cisalhamento a viscosidade aparente diminui, o que viabiliza a perfuração, pois durante o cisalhamento causado pela broca o gasto energético é menor, devido à menor viscosidade. Quando é necessário pausar a perfuração e, por consequência, diminuir o cisalhamento, a viscosidade do fluido aumenta, mantendo os cascalhos gerados em suspensão.

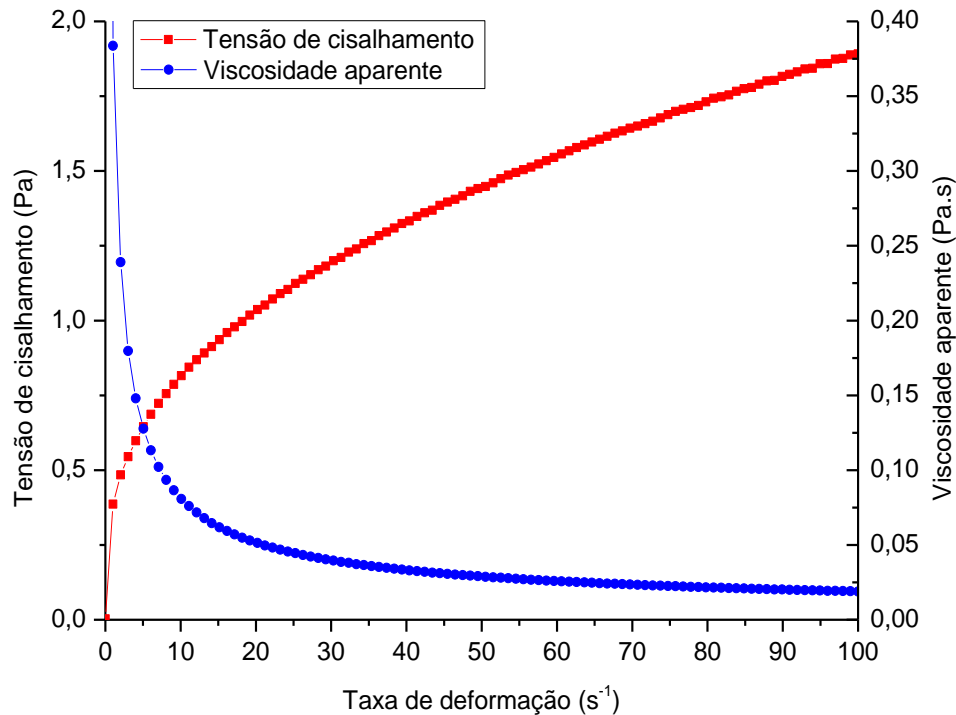


Figura 49. Curva de fluxo (0 – 100 s⁻¹; 300 s; 25°C).
Fonte: dados do autor.

O modelo reológico que melhor se ajustou aos dados foi o de Herschel-Bulkley (Equação 5)

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n \quad (5)$$

onde τ é a tensão cisalhante (Pa), τ_0 é a tensão limite de escoamento (Pa), $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento (1/sⁿ), k é o índice de consistência (Pa.sⁿ) e n é o índice de comportamento do fluido (-).

Na Tabela 9 são apresentados os parâmetros reológicos obtidos para o modelo de Herschel-Bulkley e na Figura 50 são comparados os resultados experimentais com os valores obtidos pelo modelo, de acordo com os parâmetros estimados.

Tabela 9. Parâmetros reológicos - Herschel-Bulkley.

τ_0 (Pa)	k (Pa.s ⁿ)	n (-)	R ²
0,0808	0,3059	0,3787	0,9999

Fonte: dados do autor.

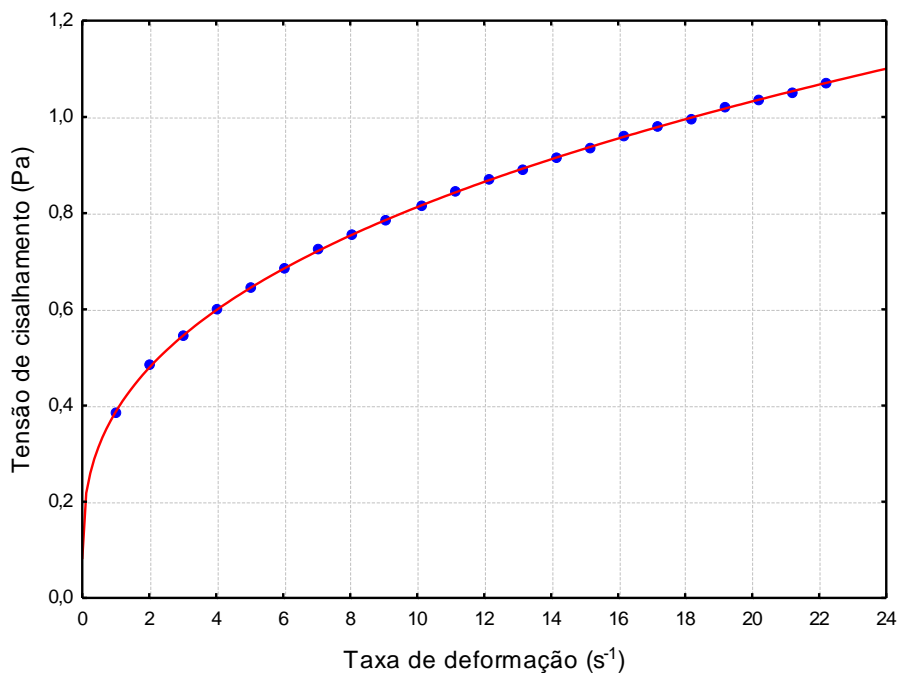


Figura 50. Resultados experimentais vs. valores calculados pelo modelo.

Fonte: dados do autor.

O valor de tensão limite de escoamento obtido, no ajuste do modelo de Herschel-Bulkley ($\tau_0 = 0,0808$ Pa) é próximo ao valor experimental observado no teste do *yield point* ($\tau_0 = 0,0718$ Pa).

4.4 Estudo da sedimentação

4.4.1 Teste de proveta

Para acompanhar a sedimentação da suspensão ao longo do tempo foram realizados testes em uma proveta de 500 mL, em temperatura e pressão ambiente durante 34 dias. O resultado obtido é ilustrado na Figura 51. Os testes foram repetidos três vezes e a altura da interface foi normalizada de acordo com a maior altura observada no início dos experimentos. O decaimento da interface é mais pronunciado no início da sedimentação e se torna mais lento conforme o tempo avança. A estabilização da altura final ocorre em aproximadamente 0,38 de altura, o que significa que o sedimento ocupa, ao final do experimento, cerca de 38% do volume da proveta.

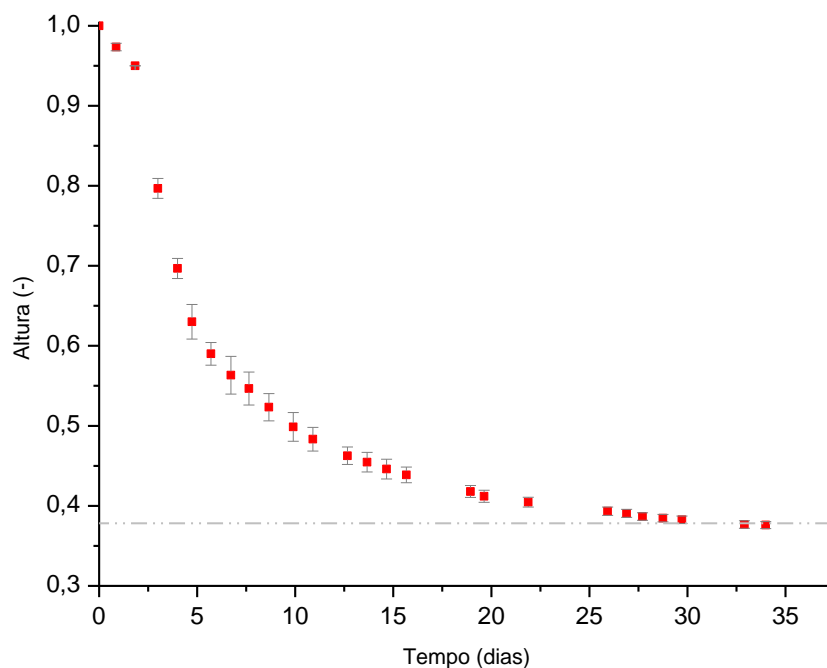


Figura 51. Teste de proveta (Barita – MMS-10; proveta de 500 mL).
 Fonte: dados do autor.

Durante os testes uma interface nítida não foi observada. Foi necessária a utilização de um corante para auxiliar na determinação dos pontos experimentais. O corante utilizado é solúvel em água e não consegue colorir as partículas de barita, portanto fica mais fácil visualizar regiões com presença ou ausência de sólidos. Com essa metodologia foi possível visualizar o encadeamento das partículas durante a sedimentação. Como apresentado anteriormente, o fluido base utilizado é um fluido viscoelástico pseudoplástico. Portanto, a observação do encadeamento de partículas está de acordo com os resultados obtidos pelos demais autores citados na revisão de literatura.

Foram utilizadas provetas de 500mL para a coleta de resultados experimentais e, devido ao tamanho das mesmas, não foi possível captar imagens nítidas das colunas de partículas que foram observadas. Dessa forma, apenas para captar imagens, a sedimentação foi acompanhada em uma proveta de 50mL. Essa proveta foi imersa em um béquer com água, o que facilitou ainda mais a visualização, diminuindo reflexos e ampliando a imagem. A Figura 52 mostra a metodologia acoplando a proveta com o béquer.



Figura 52. Metodologia para captação de imagens na proveta de 50 mL.
 Fonte: autoria própria.

A seguir é apresentada uma imagem captada (Figura 53) onde é possível observar o encadeamento das partículas. Foram feitas alterações de contraste e brilho para melhor nitidez da imagem.



Figura 53. Encadeamento de partículas visualizado em proveta de 50 mL.
Fonte: autoria própria.

Com a utilização do corante os sólidos permanecem da cor marrom (cor da barita) e o fluido base fica colorido de verde. Há uma alternância entre regiões com predominância de fluido base e regiões com predominância de sólidos, podendo ser distinguidas pela cor observada. O corante utilizado é azul, portanto existem partículas nas regiões com predominância do fluido base, provavelmente partículas mais finas.

Este resultado é semelhante ao de Daugan *et al.* (2004), onde o autor também observou essa alternância de regiões, porém utilizando uma fonte de luz na parte de trás do aparato experimental. As partículas impediam a passagem da luz, portanto nas regiões mais escuras havia predominância de partículas e nas regiões mais claras, ausência das mesmas.

Como pode ser observado não existe uma interface bem definida. Este fato parece estar relacionado com as instabilidades relatadas por Weiland, Pessas e Ramarao (1984), a qual os autores se referiram como “dedos”.

A seguir é apresentada uma sequência de imagens onde a sedimentação é acompanhada ao longo do tempo (Figura 54). A primeira imagem (sem sedimentação) foi captada no instante em que o fluido foi adicionado na proveta, e as demais imagens mostram a sedimentação em diferentes dias. As imagens foram captadas usando a mesma metodologia com a proveta de 50mL. Portanto, vale ressaltar que o tempo de sedimentação é diferente daquele apresentado na Figura 51, devido a diferenças de altura e diâmetro das provetas de 50 e 500 mL. Essa mudança de escala será melhor detalhada em um tópico a seguir.

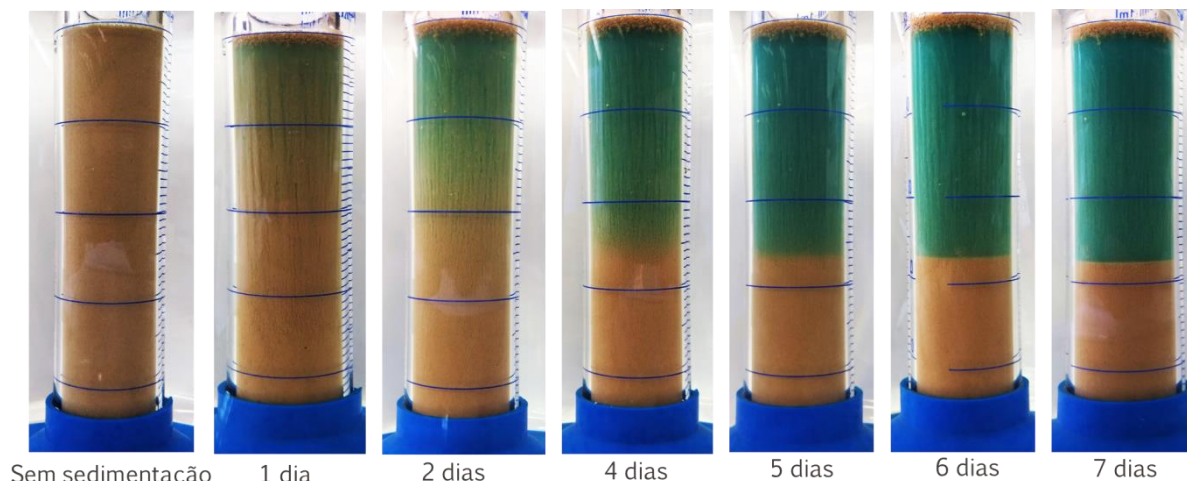


Figura 54. Sequência de imagens ilustrando a sedimentação em proveta de 50 mL.
Fonte: autoria própria.

Como pode ser observado, as cadeias de partículas ocorrem predominantemente no início da sedimentação, com ausência de uma interface bem definida. A interface é formada somente após alguns dias de sedimentação. Weiland, Pessas e Ramarao (1984) também apresentaram uma sequência de imagens que mostra um comportamento bem semelhante ao encontrado. Os autores também constataram que existe maior taxa de sedimentação durante a existência dessas estruturas. Esse fato pode ser observado na Figura 51, onde a taxa de sedimentação foi maior no início do processo de sedimentação.

Weiland, Pessas e Ramarao (1984) também relatam que observaram a existência de correntes convectivas enquanto as cadeias de partículas estavam presentes. Quando a separação das fases ocorre, é observada a interface bem definida e a sedimentação retorna ao normal, com uma menor velocidade. No teste de sedimentação realizado na proveta de 500 mL (Figura 51) a interface só foi observada com 11 dias de sedimentação. A velocidade de sedimentação neste dia já era menor do que a observada no início do processo. As correntes convectivas também foram observadas e serão apresentadas com mais detalhes no próximo tópico.

4.4.2 Microscopia

A fim de entender melhor a dinâmica da sedimentação, foram feitos ensaios utilizando um microscópio online, onde foram captadas diversas imagens ao longo do tempo. Essas imagens podem ser colocadas em sequência e gerar um arquivo de vídeo que auxilia na compreensão do processo. Aqui, de forma escrita, serão apresentadas apenas algumas dessas imagens.

Na Figura 55 é apresentada uma sequência de imagens, enumeradas de 1 a 4, captadas em um intervalo de 60 segundos, após dois dias de sedimentação.

O microscópio utilizado (Particle View V19) não possui resolução para visualizar as partículas com nitidez, visto que as mesmas possuem um diâmetro muito pequeno. É possível visualizar regiões mais claras ou escuras, suficientes para o entendimento do processo. As regiões mais claras foram identificadas como regiões com grande concentração de partículas, ao contrário das regiões mais escuras.

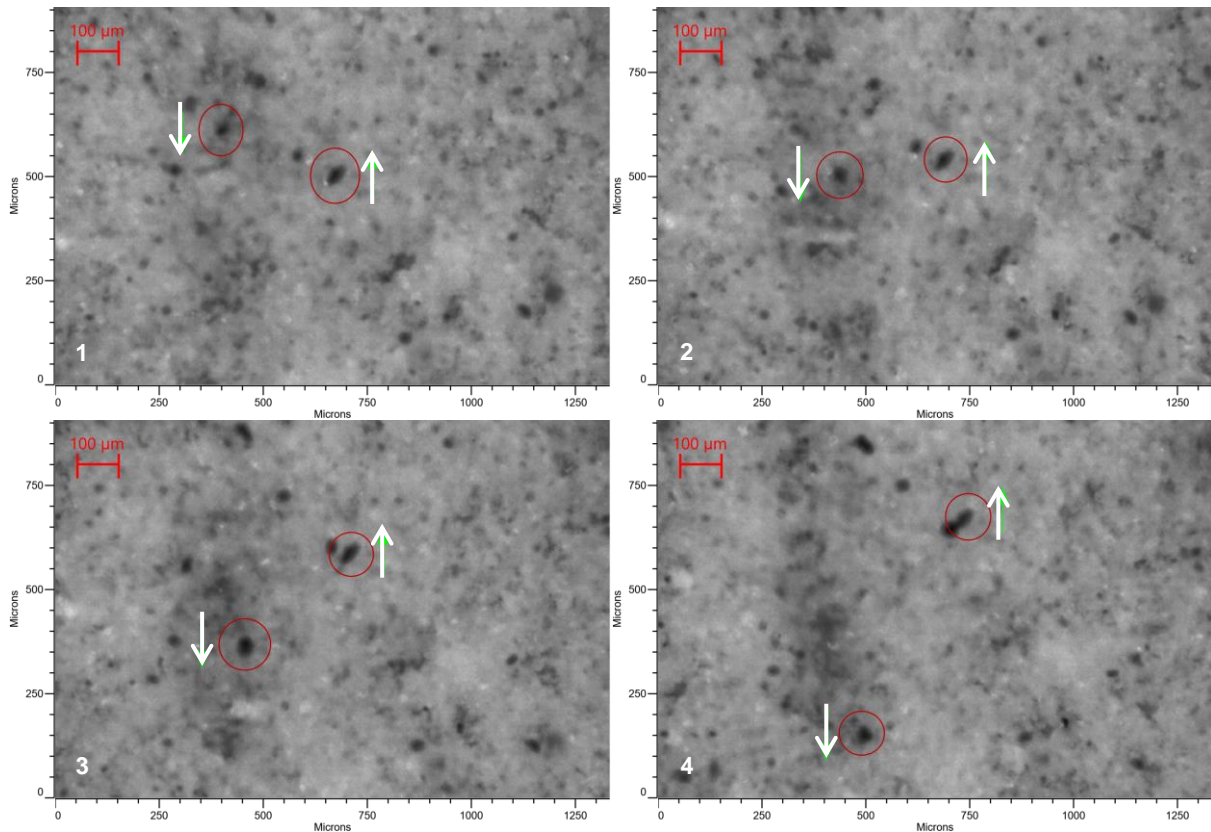


Figura 55. Dinâmica da sedimentação, após dois dias do início do processo.

Fonte: autoria própria.

Para a compreensão da dinâmica da sedimentação, foram acompanhados os movimentos de dois corpos circulares que aparecem na imagem, por apresentarem um tamanho maior, mais fácil de ser identificado. Esses corpos provavelmente são bolhas presentes no fluido.

Como pode ser observado na Figura 55, os dois corpos possuem movimentos contrários, um descendente e o outro ascendente. O corpo descendente está situado em uma região mais escura, onde foi identificada uma velocidade de sedimentação muito maior que as demais ao seu redor. Analisando a dinâmica observada de acordo com o que foi estudado na revisão da literatura (CAPÍTULO II), é possível entender que essa região mais escura é um corredor de viscosidade reduzida. A alternância de regiões claras e escuras, com diferença de concentração, está de acordo com os resultados de Daugan *et al.* (2004).

O movimento descendente das partículas no corredor de viscosidade reduzida cria uma corrente de convecção, gerando o movimento ascendente de partículas nas regiões adjacentes. Weiland, Pessas e Ramarao (1984) também identificaram correntes convectivas em seus experimentos.

Os corredores de viscosidade reduzida parecem persistir até que a separação das partículas ocorra por diferença de densidade. As partículas mais pesadas descem para as camadas inferiores do sedimento e as mais leves sobem para as camadas superiores.

Sendo assim, com o decorrer do tempo de sedimentação não foram mais identificados os corredores de viscosidade reduzida. Após o terceiro dia de sedimentação foi observado um leito de partículas com concentração constante, aparentemente com grande porosidade, como mostrado na Figura 56.

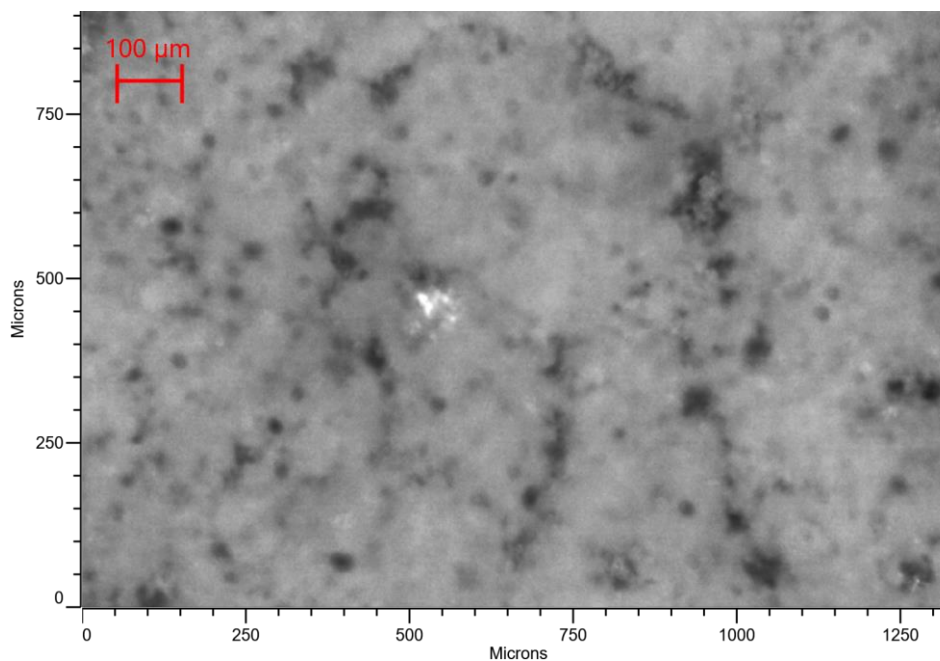


Figura 56. Leito de partículas formado após o terceiro dia de sedimentação.
Fonte: autoria própria.

Este leito de partículas apresentou um lento movimento ascendente. A causa pode ser a compactação das camadas inferiores. Ao compactar, as partículas expulsam o fluido presente entre elas e o mesmo sobe para as camadas superiores, causando o movimento observado.

É importante relatar que, ao utilizar o microscópio Particle View V19, não é possível visualizar todo o processo de sedimentação, apenas a escala que toca a lente do equipamento. Durante a montagem da unidade de microscopia o equipamento foi localizado, intencionalmente, no fundo da coluna de sedimentação, pois era de interesse compreender como o leito de partículas se forma. Portanto, após o terceiro dia de sedimentação, não são visualizados os corredores de viscosidade reduzida na região onde o equipamento está localizado. Nas camadas superiores é possível que eles ainda ocorram. Na Figura 53 pode ser visto que nas camadas inferiores da proveta o leito de partículas já está formado, enquanto que nas camadas superiores as correntes convectivas ainda ocorrem.

4.4.3 Testes de mudança de escala do sedimentador

Os testes de mudança de escala foram feitos com a finalidade de conseguir utilizar dados de sedimentação em proveta para compreender a sedimentação no interior da célula de filtração, onde não é possível visualizar o processo. Esses resultados também são importantes para a compreensão do processo em uma condição real de região anular em um poço de petróleo.

Foram feitos ensaios de sedimentação utilizando somente água e barita (15% v/v) para tornar o processo mais rápido. Foram utilizadas provetas de 25, 50, 250, 500 e 1000mL e béqueres de 100, 250, 500 e 1000mL com diâmetros e alturas conforme apresentado nas Tabela 3 e Tabela 4. O resultado para a sedimentação em proveta é apresentado na Figura 57. A altura foi normalizada, dividindo cada um dos pontos experimentais pela maior altura observada, no início da sedimentação.

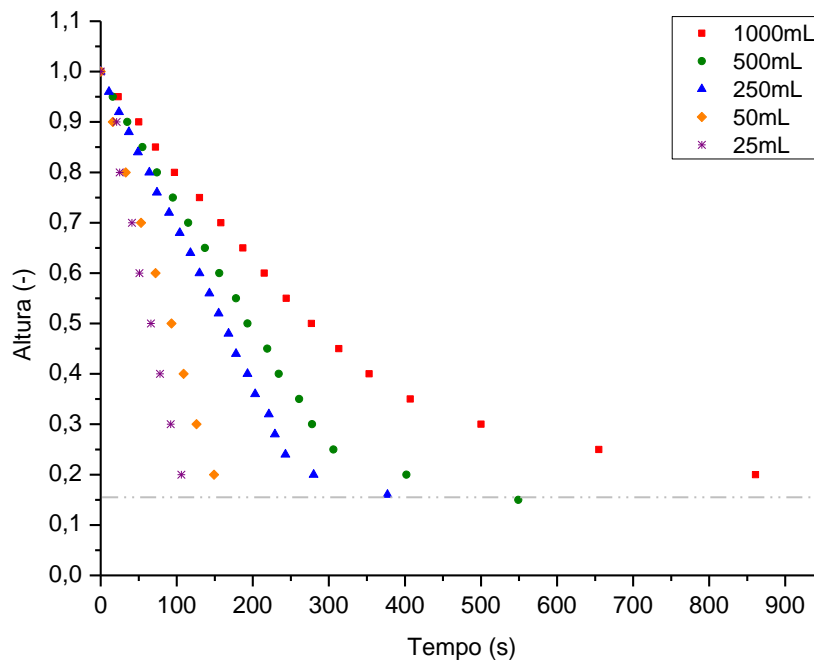


Figura 57. Teste de mudança de escala em provetas – altura normalizada.
 Fonte: dados do autor.

O tempo de sedimentação em cada proveta foi diferente, mas em ambos os casos o sedimento final ficou em torno de 0,15 de altura, ou seja, 15% da proveta. Esse fato está de acordo com a concentração da suspensão, que foi de 15% v/v. Como a proveta de 1000mL é maior, o tempo para o sedimento chegar a este patamar foi maior, quando comparada com as demais provetas.

Para uma melhor comparação entre as provetas, na Figura 58 o tempo de sedimentação também foi normalizado. Cada um dos pontos experimentais foi dividido pelo maior tempo observado durante a parte reta da curva, ou seja, desconsiderando os pontos de compactação observados nas maiores provetas.

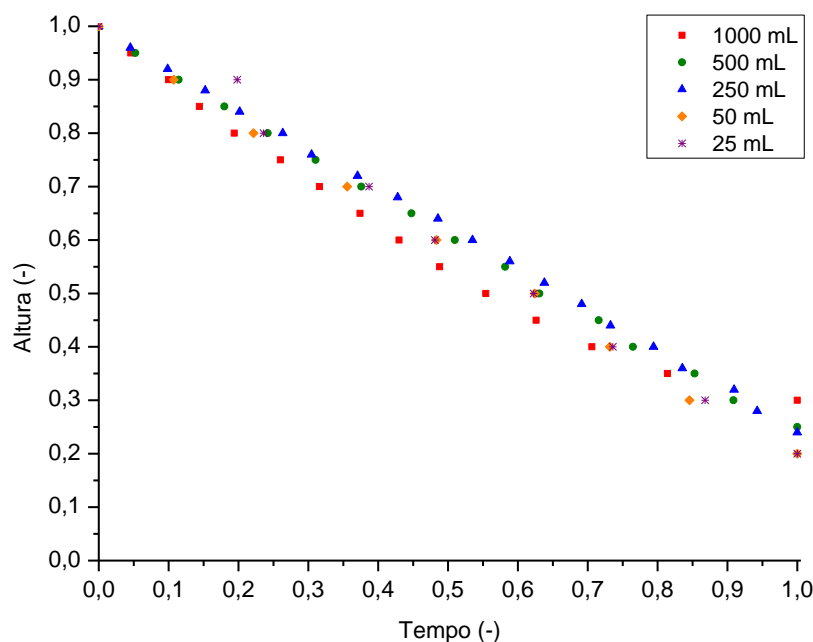


Figura 58. Teste de mudança de escala em provetas – altura e tempo normalizados.
 Fonte: dados do autor.

Com altura e tempo normalizados vemos uma tendência de comportamento linear, com os dados de todas as provetas sobrepostos. Isso indica que os dados de altura e tempo coletados em uma proveta podem ser extrapolados para provetas de diferentes alturas e diâmetros. Para resultados mais precisos será necessária uma coleta de dados mais abrangente, com repetição dos experimentos para determinação do erro experimental.

Porém, conforme pode ser observado na Tabela 3, as provetas comerciais obedecem a uma mesma razão entre o diâmetro e a altura (H_0/D), o que pode ter influenciado os resultados. Sendo assim, os testes foram repetidos usando béqueres. Observando a Tabela 4 percebemos que os béqueres comerciais também obedecem a uma mesma razão H_0/D , no entanto essa razão é diferente da razão encontrada nas provetas, o que permite uma comparação e análise se a razão influencia os resultados. Béqueres não são instrumentos para medidas precisas de volume, mas sua utilização foi devida a diferente razão H_0/D que apresentam. O resultado para o teste com somente a altura normalizada pode ser visto na Figura 59.

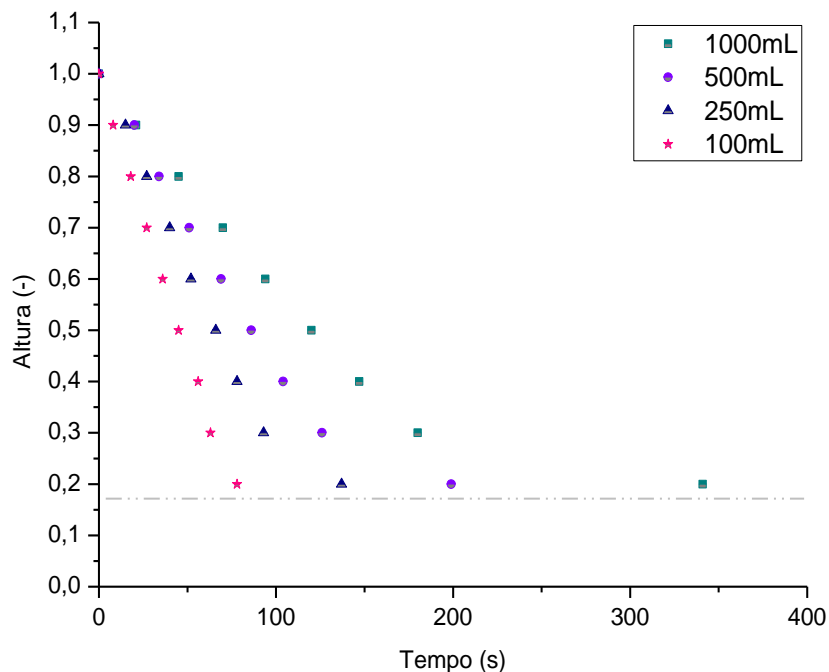


Figura 59. Teste de mudança de escala em béqueres – altura normalizada.
Fonte: dados do autor.

Novamente as alturas finais do sedimento ficaram em cerca de 15%, conforme a concentração utilizada na suspensão. O tempo de sedimentação também foi maior no maior béquer (1000mL), devido a esse apresentar o maior tamanho.

A normalização do tempo para os testes com béquer também foi feita, da mesma forma como feita com as provetas. Como o objetivo da utilização dos béqueres foi comparar se a razão H_0/D influencia nos resultados, os dados obtidos de altura e tempo normalizados para os béqueres foram plotados em um mesmo gráfico com os dados das provetas, conforme a Figura 60.

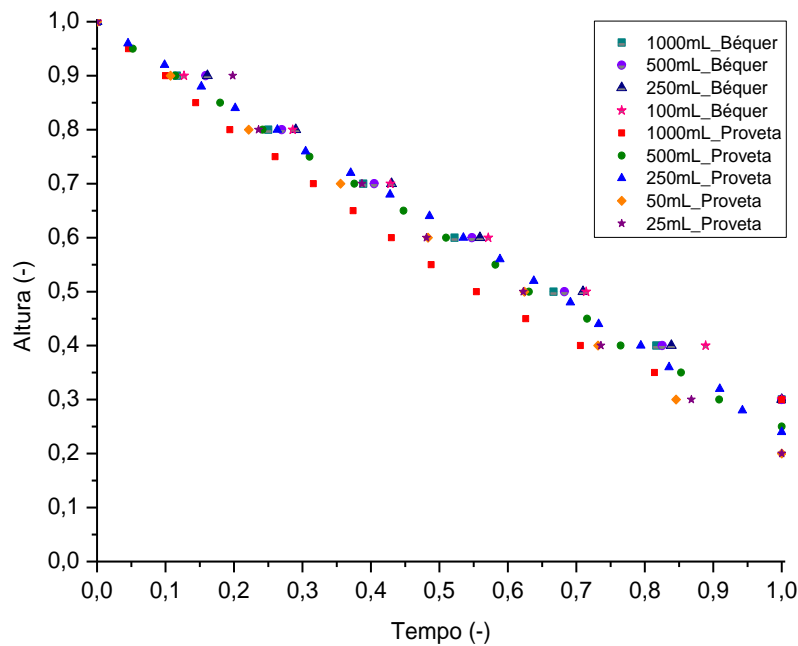


Figura 60. Teste de mudança de escala em provetas e béqueres – altura e tempo normalizados. Fonte: dados do autor.

Os dados de altura e tempo normalizados, tanto para béqueres quanto para provetas, ficaram sobrepostos mostrando uma tendência linear. Sendo assim, a mudança de escala pode ser feita independente da razão H_0/D .

Um fato importante que deve ser levado em consideração é que a reologia do fluido tem grande influência na sedimentação. Os dados de sedimentação (normalizados) do fluido de perfuração estudado (goma xantana 0,2% v/v, glutaraldeído 0,5 lb/bbl e barita 15% v/v) foram plotados juntamente com os dados das provetas e béqueres apresentados. Os dados não se sobrepuseram. Então foram coletados dados de sedimentação em uma proveta de 50 mL para o fluido de perfuração estudado, a fim de comparar com os dados da proveta de 500 mL. Na Figura 61 os dados normalizados das provetas de 50 e 500 mL são plotados.

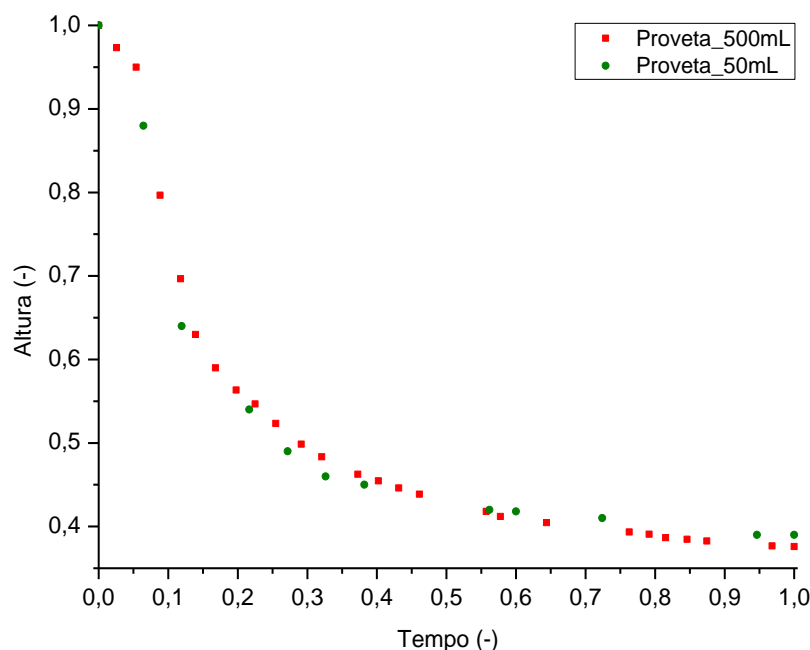


Figura 61. Teste de mudança de escala em provetas de 50 e 500 mL para o fluido de perfuração estudado – altura e tempo normalizados. Fonte: dados do autor.

Os dados de sedimentação se sobrepõem, não de forma linear como no caso anterior, mas exibindo o mesmo comportamento da Figura 51. Sendo assim, pode-se dizer que a mudança de escala é possível tanto para fluidos Newtonianos quanto não-Newtonianos, desde que sejam coletados dados em uma geometria H_0/D e estes sejam extrapolados para o mesmo fluido em uma geometria diferente. A necessidade de utilização de modelos matemáticos para o cálculo da altura de sedimentos não é descartada. Os modelos mais complexos podem fornecer resultados mais confiáveis, mas os testes de mudança de escala podem ser usados como uma estimativa.

4.5 Estudo da filtração com e sem sedimentação prévia

Os experimentos de filtração com sedimentação prévia têm como objetivo avaliar o volume de filtrado ao longo do tempo de sedimentação de um fluido de perfuração, com o intuito de compreender a dinâmica do processo em uma situação onde ocorra o fenômeno do *Annular Pressure Build-up*.

Os testes ocorreram com a sedimentação em pressão ambiente e a filtração com pressão de 500psi. A diferença de pressão no processo foi necessária para simular a condição real, onde a filtração ocorre devido ao aumento da pressão na região anular após a sedimentação já ter ocorrido.

Foram feitos experimentos sem sedimentação e com o tempo de sedimentação variando de um a sete dias. Os ensaios são destrutivos, portanto cada tempo de sedimentação representa um experimento diferente.

Na Figura 62, a seguir, são apresentados os resultados obtidos de volume de filtrado em relação ao tempo experimental. Os dados foram coletados a cada cinco segundos durante trinta minutos. Para uma visualização mais clara, foram plotados apenas alguns pontos experimentais. O erro experimental foi calculado como o desvio padrão da réplica do ensaio de quatro dias.

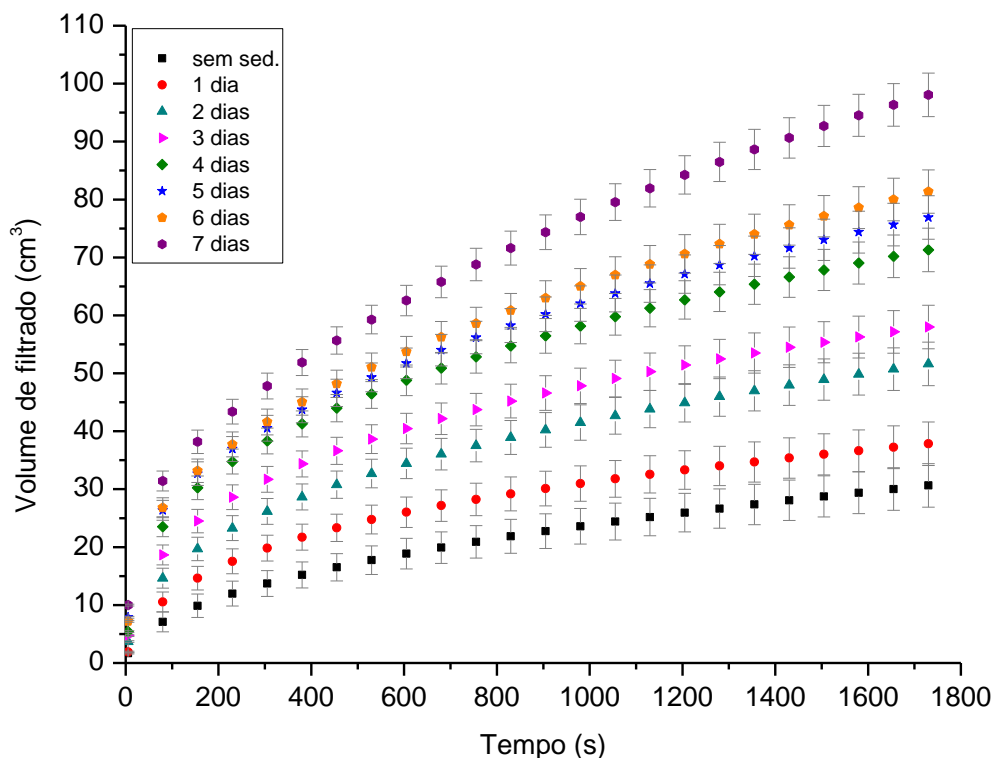


Figura 62. Volume de filtrado vs. tempo experimental.

Fonte: dados do autor.

É possível observar que há um aumento no volume de filtrado com o passar dos dias de sedimentação. O menor volume de filtrado obtido foi no experimento sem sedimentação ($31,18 \text{ cm}^3$ – ao fim dos trinta minutos de experimento) e o maior foi no experimento com sete dias de sedimentação ($99,41 \text{ cm}^3$ – ao fim dos trinta minutos de experimento). A razão entre os valores mencionados é de 3,1883 e indica que o volume de filtrado triplicou, quando comparados o experimento sem sedimentação e o experimento com sete dias de sedimentação prévia.

A motivação do trabalho foi descobrir como o sedimento formado no fundo da região anular poderia influenciar no alívio da pressão, em uma situação em que ocorra o fenômeno do *Annular Pressure Build-up*. De acordo com o resultado obtido a sedimentação se mostra favorável ao alívio da pressão, permitindo que um volume maior de fluido possa ser drenado para a rocha através da sapata aberta.

Em alguns pontos experimentais as barras de erro se encontram, o que indica que talvez um dia de diferença entre os experimentos pode não ser suficiente para uma grande mudança de comportamento. Sendo assim, o mesmo gráfico é plotado na Figura 63 com experimentos de sedimentação em intervalos de dois dias, onde pode ser visto que o efeito da sedimentação é mais pronunciado.

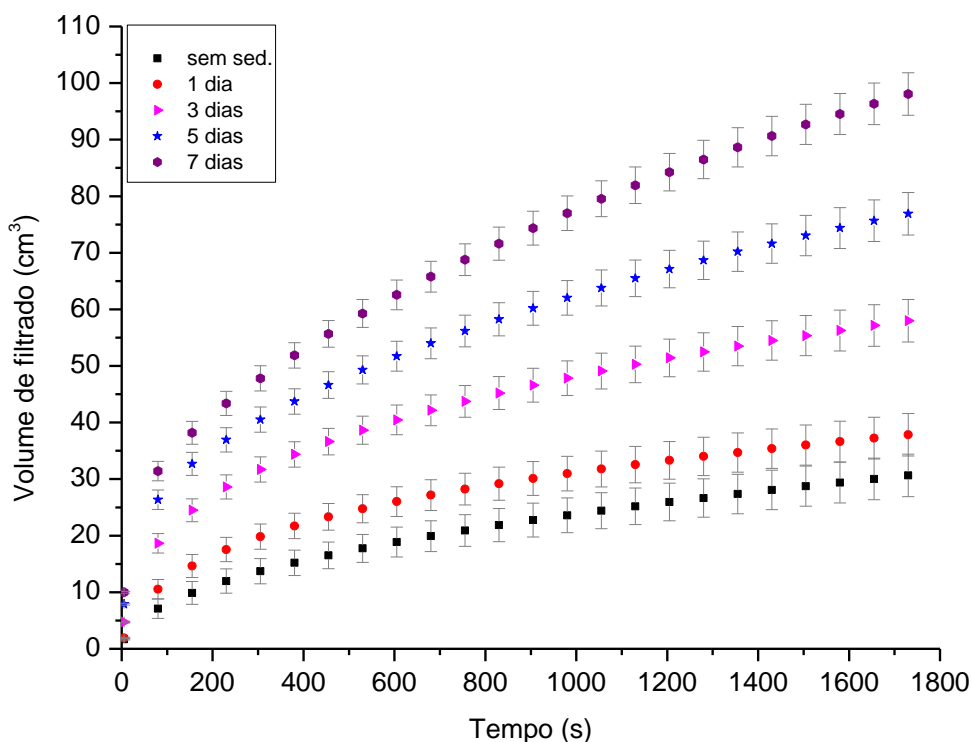


Figura 63. Volume de filtrado vs. tempo experimental em intervalos de dois dias.
Fonte: dados do autor.

Para compreender melhor a tendência de comportamento do processo foi plotado na Figura 64 o volume final de filtrado em função dos dias de sedimentação. Entende-se como volume final o último ponto experimental coletado de volume ao fim dos 30 minutos de cada experimento.

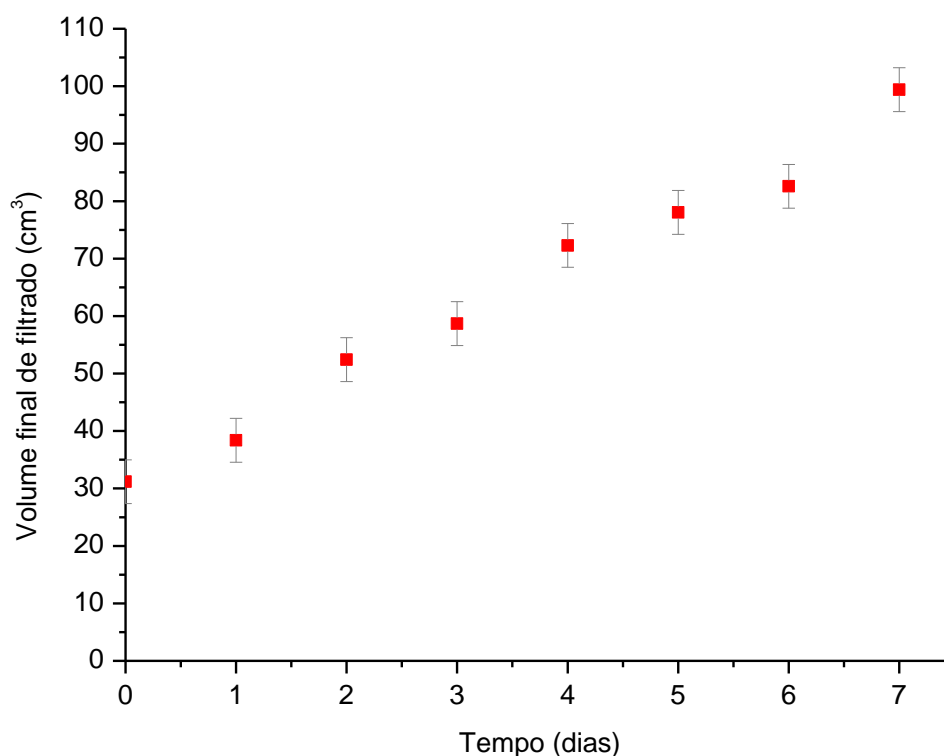


Figura 64. Volume final de filtrado em relação ao tempo de sedimentação.
 Fonte: dados do autor.

Uma tendência de crescimento foi identificada durante o intervalo de tempo de sedimentação analisado. O encadeamento de partículas observado durante a sedimentação parece ser a provável causa desse comportamento. Na região de sedimentação livre estão presentes os corredores de viscosidade reduzida e, talvez devido a esse fenômeno, as partículas podem sedimentar encadeadas, tornando o sedimento mais permeável.

Com o passar do tempo, mais sedimento é formado e duas coisas podem acontecer: o encadeamento das partículas pode se tornar mais pronunciado e o fluido no interior da célula de filtração fica menos concentrado, o que o faz mais fácil de ser filtrado. Essa sequência de acontecimentos parece ser a explicação para o aumento do volume de filtrado em relação ao tempo de sedimentação, durante os sete dias estudados.

O comportamento observado parece estar de acordo com as imagens apresentadas por Bobroff e Phillips (1998) (Figura 20). No experimento sem sedimentação todas as partículas estão em suspensão e nenhum encadeamento é observado (conforme a primeira imagem da sequência apresentada na Figura 20). Nesse experimento é obtido o menor volume de filtrado. Nas imagens de Bobroff e Phillips (1998) o encadeamento das partículas é mais evidente com o decorrer do tempo e nos experimentos o volume de filtrado aumenta. Porém a última imagem da sequência, na Figura 20, mostra um possível desmoronamento das cadeias. Isso nos leva a crer que o volume de filtrado não irá aumentar continuamente. Em algum momento, após os sete dias analisados, ele irá se estabilizar ou provavelmente diminuir. Além do desmoronamento também é provável acontecer a compactação do sedimento, tornando a filtração mais difícil. Portanto, longos tempos de sedimentação podem prejudicar o processo de filtração e o consequente alívio da pressão no anular.

Nas Figura 65 e Figura 66 as tortas de filtração obtidas foram analisadas conforme a sua porosidade e espessura.

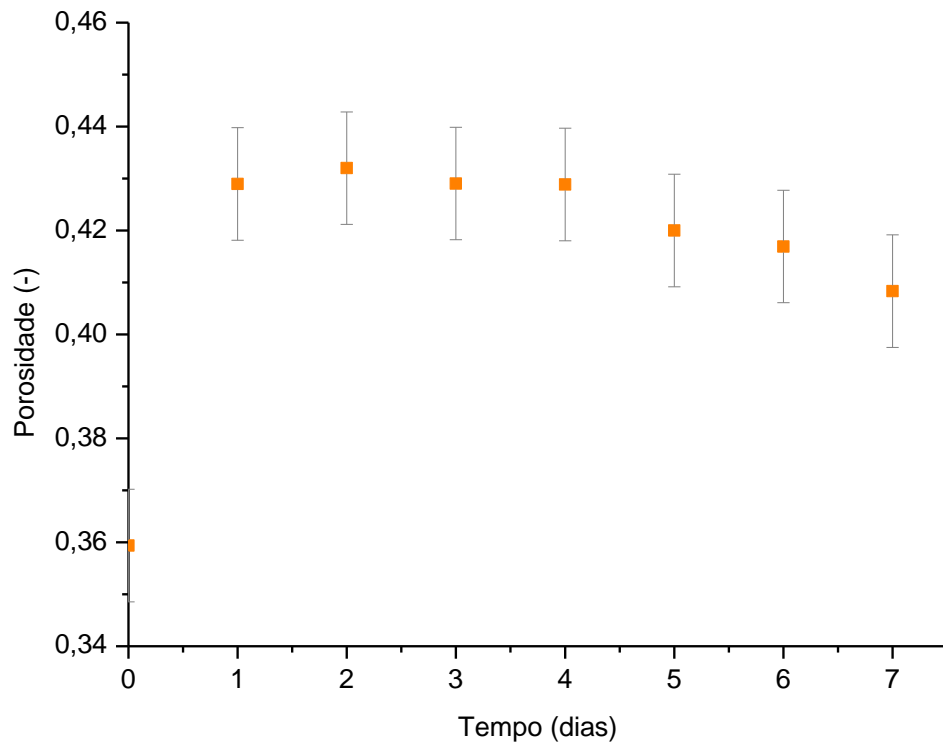


Figura 65. Porosidade das tortas de filtração em relação ao tempo de sedimentação.
Fonte: dados do autor.

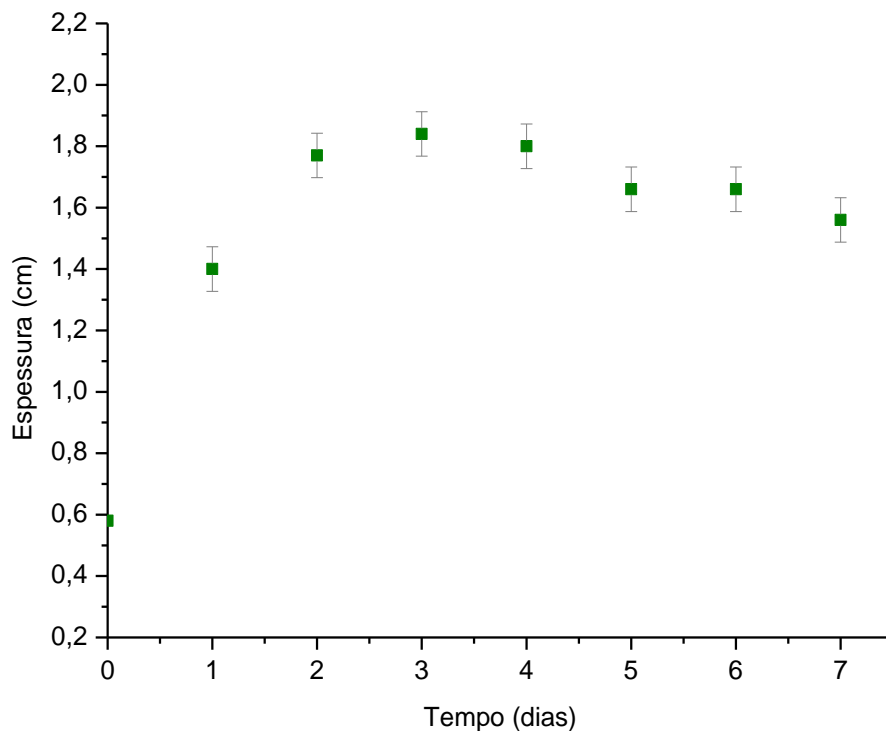


Figura 66. Espessura das tortas de filtração em relação ao tempo de sedimentação.
Fonte: dados do autor.

As tortas de filtração apresentam um aumento significativo na porosidade nos primeiros dias de sedimentação, mas tende a diminuir com o passar do tempo. Pode-se dizer que o encadeamento das partículas aumenta a porosidade da torta e que talvez nos últimos dias de sedimentação estudados, as cadeias já iniciam o processo de desmoronamento. Como

as cadeias de partículas são formadas na direção vertical, é coerente a espessura acompanhar o mesmo comportamento.

Foram coletadas imagens das tortas de filtração nos experimentos sem sedimentação e com sedimentação de sete dias, conforme a Figura 67.

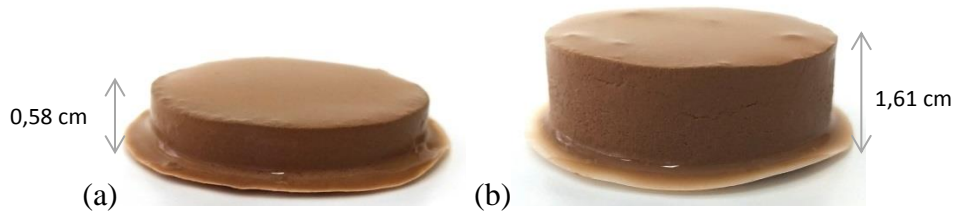


Figura 67. Imagens das tortas de filtração dos experimentos (a) sem sedimentação e (b) com sedimentação prévia de sete dias. Fonte: autoria própria.

Na Figura 68 as tortas são postas ao lado de um béquer contendo o volume de fluido remanescente na célula de filtração ao fim do processo e de outro béquer contendo o filtrado coletado no experimento.



Figura 68. Comparação entre espessura, fluido remanescente e volume de filtrado nos experimentos (a) sem sedimentação e (b) com sedimentação prévia de sete dias. Fonte: autoria própria.

A Figura 68 ilustra a diferença entre uma filtração com e sem sedimentação prévia de um fluido não-Newtoniano. É interessante perceber que através de uma torta de maior espessura é possível coletar um maior volume de filtrado.

Outra observação interessante acerca dos experimentos é em relação ao *spurt loss*, definido como o volume de filtrado coletado no início da formação da torta. Nos experimentos com sedimentação prévia não há uma torta, mas há um sedimento pré-formado desde o início da filtração. Conforme explica Yim (1999), existe uma diferença entre sedimento e torta, visto que a permeabilidade entre eles deve ser diferente. Na Figura 69 são plotados os dados obtidos de *spurt loss* nos primeiros cinco segundos de filtração em relação ao dias de sedimentação estudados.

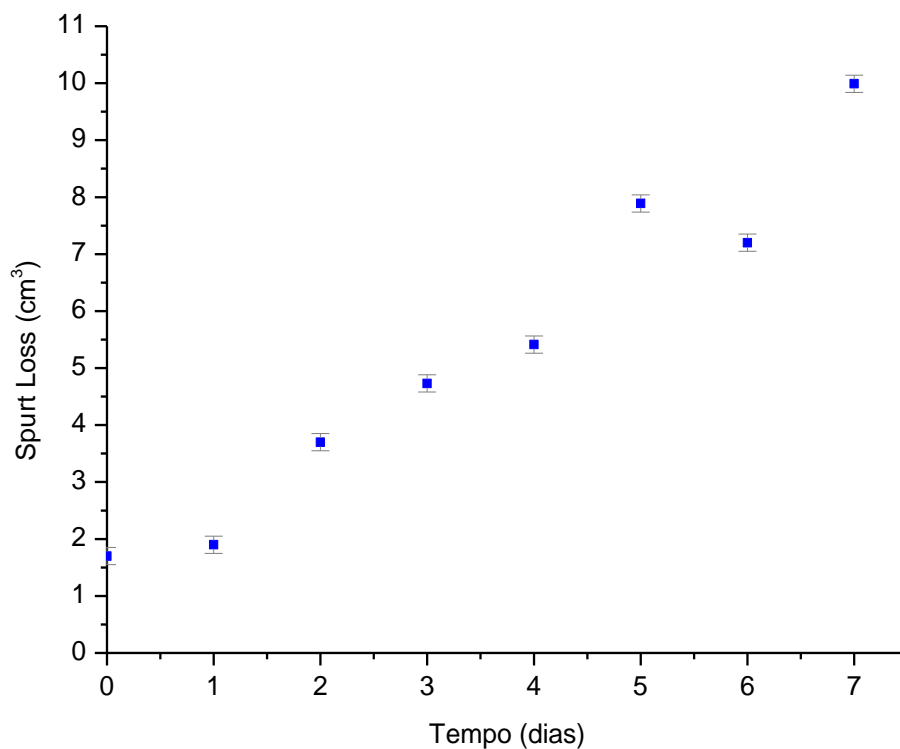


Figura 69. *Spurt loss* dos primeiros cinco segundos de filtração em relação ao tempo de sedimentação.
Fonte: dados do autor.

Assim como o volume final de filtrado, o *spurt loss* apresenta uma tendência de crescimento com o aumento do tempo de sedimentação. Ou seja, desde os primeiros segundos o experimento de sete dias já apresenta o maior volume de filtrado. Este comportamento pode ser explicado pela diferença entre os conceitos de sedimento e torta. Com o início da filtração, a diferença de pressão irá compactar o sedimento, transformando-o em torta, como explicado por Yim (1999). Como a altura de sedimento aumenta com o tempo de sedimentação, com o passar do tempo há mais sedimento a ser compactado. O tempo necessário para compactação provavelmente é maior quanto maior for a altura de sedimento, o que permite um maior *spurt loss*. Então mesmo que as cadeias de partículas talvez já estejam desmoronando nos últimos dias de sedimentação estudados, visto a diminuição na porosidade e espessura, o volume de filtrado no experimento de sete dias continua sendo maior.

Sendo assim, a influência da sedimentação na filtração de fluidos não-Newtonianos talvez possa ser explicada pela junção de três fatores: o encadeamento das partículas, a diminuição da concentração do fluido e o aumento do *spurt loss*.

CAPÍTULO V

5 CONCLUSÕES

De acordo com o estudo feito sobre o processo de filtração com sedimentação prévia em fluidos não-Newtonianos, nas condições estudadas, pode-se concluir que:

- Sedimentação

Os corredores de viscosidade reduzida e o encadeamento de partículas foram verificados durante a sedimentação da suspensão analisada.

A metodologia utilizada para a análise de microscopia parece ser favorável ao estudo da sedimentação, visto fornecer boas imagens que facilitam a compreensão do processo.

Foi possível observar que a mudança de escala em testes de sedimentação é possível tanto para fluidos Newtonianos quanto não-Newtonianos, desde que sejam coletados dados em uma geometria com razão H_0/D conhecida e estes sejam extrapolados para o mesmo fluido em uma geometria diferente. Não é descartada a necessidade de utilização de modelos matemáticos, mas a mudança de escala pode se utilizada como uma estimativa inicial.

- Filtração com sedimentação prévia

O tempo de sedimentação tem influência na filtração de fluidos não-Newtonianos, durante os sete dias estudados. Foi observado um aumento no volume de filtrado com o passar dos dias de sedimentação analisados. Além da diminuição da concentração da suspensão, que a torna mais fácil de ser filtrada, o encadeamento de partículas observado durante a sedimentação parece ser uma provável causa desse comportamento.

O crescimento do *spurt loss* com o tempo de sedimentação parece ser outra provável causa para o aumento do volume de filtrado. Esse fato parece estar relacionado com o tempo de compactação do sedimento no início do processo de filtração.

O estudo do encadeamento de partículas nos leva a crer que o volume de filtrado não irá aumentar continuamente. É de conhecimento da literatura que com o passar do tempo ocorre o desmoronamento dessas cadeias. Portanto, em algum momento, após os sete dias analisados, o volume de filtrado irá se estabilizar ou provavelmente diminuir. Além do desmoronamento, também é provável acontecer a compactação do sedimento, tornando a filtração mais difícil.

As propriedades da torta de filtração, como porosidade e espessura, apresentam um aumento significativo nos primeiros dias de sedimentação, mas tende a diminuir com o passar do tempo. É persistente dizer que o encadeamento das partículas aumenta a porosidade da torta de filtração, e que talvez nos últimos dias de sedimentação estudados as cadeias já iniciam o processo de desmoronamento. Como as cadeias de partículas são formadas na direção vertical, é coerente a espessura acompanhar o mesmo comportamento.

CAPÍTULO VI

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Neste capítulo serão apresentadas algumas sugestões para trabalhos futuros e também algumas observações experimentais que podem contribuir para a continuidade do estudo. São elas:

- 1) Avaliar a influência da sedimentação durante um tempo maior que sete dias, para verificar se o volume de filtrado diminui ou fica estável;
- 2) Fazer a modelagem para o cálculo da permeabilidade das tortas de filtração;

De acordo com o que foi proposto por Yim (1999), deve-se fazer a distinção entre os conceitos de sedimento e torta de filtração. Portanto, em processos de filtração com sedimentação prévia, acredita-se que haja diferentes valores de permeabilidade de torta durante a filtração, sendo os maiores valores observados no início e os menores valores no final do processo. Talvez a partir de determinado tempo de filtração a permeabilidade possa permanecer constante, quando todo o sedimento for compactado. É necessária a criação de um modelo matemático que permita o cálculo da permeabilidade em processos de filtração com sedimentação prévia.

- 3) Analisar a influência da pressão de sedimentação;

Foram feitos alguns experimentos de filtração com sedimentação prévia onde a sedimentação ocorreu com a célula pressurizada a 500 psi, mesma pressão da filtração. Não foram observadas diferenças significativas nos valores de volume de filtrado, porém há uma diferença em relação à solidez das tortas de filtração. Se a sedimentação ocorre em pressão ambiente é necessário que a célula seja pressurizada antes do processo de filtração (500 psi). Dessa forma, é imposto um diferencial de pressão ao sedimento logo no início da filtração, o que parece fazer com que ele se compacte rapidamente, tornando a torta mais rígida. Quando a sedimentação ocorre pressurizada esse diferencial de pressão não ocorre e a rigidez da torta é menor. É nítida essa diferença no momento de retirar a torta da célula de filtração. A torta formada no processo com sedimentação pressurizada é retirada mais facilmente. Talvez seja importante estudar as consequências desse efeito.

- 4) Analisar a influência da temperatura nos processos de filtração com sedimentação prévia
- 5) Analisar as tortas de filtração em microscópio eletrônico de varredura para verificar sua estrutura;
- 6) Testar diferentes baritas e também outros sólidos utilizados como adensantes para verificar se o comportamento permanece o mesmo;

Durante a investigação experimental, alguns testes foram realizados utilizando uma barita diferente e alguns resultados importantes foram observados. A barita utilizada nesses testes foi da empresa Brasilminas, com granulometria 810/325. Na Figura 70 são apresentadas imagens das duas baritas estudadas.



Figura 70. Baritas (a) Vale do Juquiá (MMS-10) e (b) Brasilminas (810/325).
Fonte: autoria própria.

Quando comparada com a barita da marca Vale do Juquiá (MMS-10), a barita da empresa Brasilminas apresenta uma massa específica menor e, portanto, maior tempo de sedimentação. Devido a esse motivo o estudo foi conduzido utilizando a barita MMS-10. Porém, ao avaliar o teste de sedimentação em proveta utilizando o corante azul, foi verificado que o fenômeno de encadeamento das partículas na barita Brasilminas é muito breve. Acredita-se que a causa desse comportamento pode estar relacionada com a massa específica e com o diâmetro das partículas.

Weiland, Pessas e Ramarao (1984) estudaram suspensões de sólidos de diferentes tamanhos e densidades e os resultados apresentados no trabalho destes autores podem contribuir para um estudo mais aprofundado sobre o comportamento das diferentes baritas. Segundo os autores, as cadeias de partículas persistem enquanto houver partículas leves e pesadas na mesma fase, pois dessa forma são criadas as correntes convectivas para a separação das partículas. Foi feita a análise granulométrica e a medida da massa específica das duas baritas para comparação. A metodologia utilizada foi a mesma apresentada no CAPÍTULO III. Na Tabela 10 são apresentados os resultados para massa específica e valores dos diâmetros das duas baritas e na Figura 71 são apresentados os resultados das distribuições do tamanho de partículas.

Tabela 10. Propriedades das baritas Vale do Juquiá (MMS-10) e Brasilminas (810/325).

	Vale do Juquiá	Brasilminas
Massa específica (g/cm ³)	4,3564	3,8117
Diâmetro de Sauter (µm)	6,672	3,977
d(0,1) (µm)	3,109	1,531
d(0,5) (µm)	20,186	9,487
d(0,9) (µm)	47,726	28,472

Fonte: autoria própria.

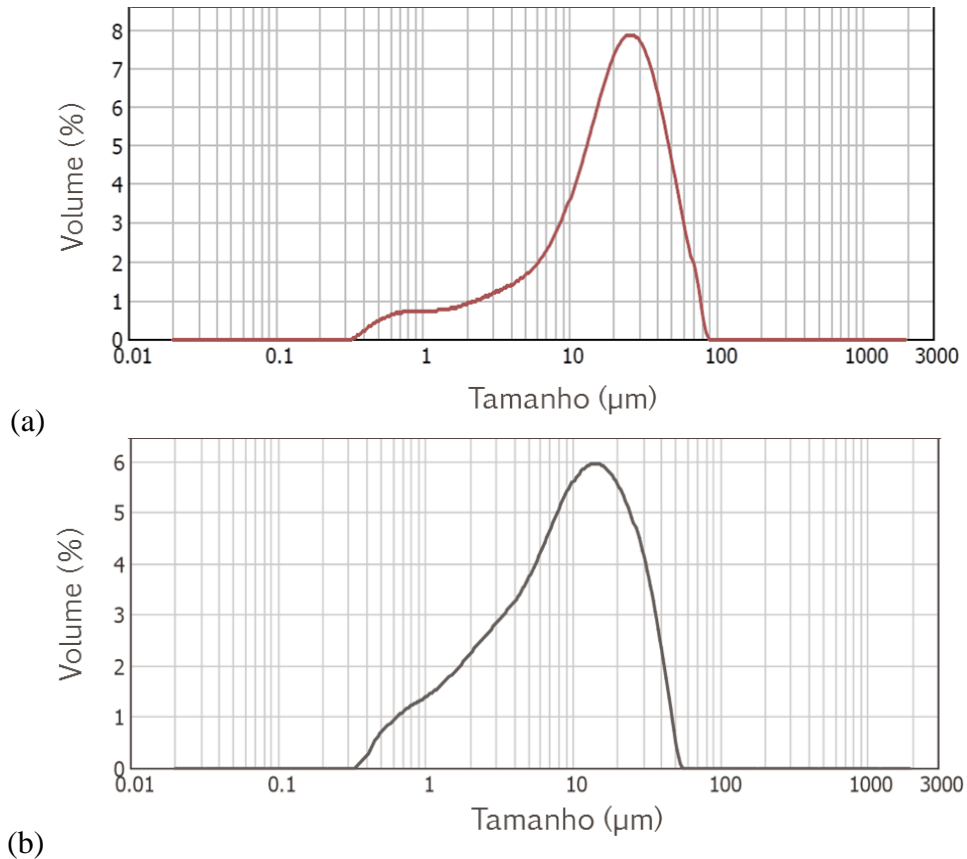


Figura 71. Análise granulométrica das baritas (a) Vale do Juquiá (MMS-10) e (b) Brasilminas (810/325).
 Fonte: autoria própria.

A distribuição do tamanho de partículas das baritas apresentam comportamentos distintos. A barita Brasilminas apresenta uma distribuição mais homogênea, com uma quantidade considerável de partículas de diversos tamanhos. Já a barita Vale do Juquiá apresenta um pico mais pronunciado em determinado tamanho de partícula e também uma quantidade considerável de partículas menores.

As correntes de convecção durante a sedimentação são criadas pela separação das partículas devido às suas diferenças de tamanho e massa específica. Portanto, espera-se que a barita Vale do Juquiá apresente maiores correntes de convecção por ter uma distribuição de tamanho de partículas mais discrepante, com quantidades significativas de partículas grandes e pequenas. Como a barita Brasilminas tem uma distribuição mais homogênea, não são necessárias grandes trocas de posição entre as partículas, causando menores correntes de convecção.

Talvez por criar menores correntes de convecção a barita Brasilminas apresente o comportamento de um breve encadeamento de partículas. Como apresentado nas conclusões desse trabalho (CAPÍTULO V), o encadeamento de partículas parece ser uma provável causa para a influência da sedimentação prévia nos processos de filtração. Portanto, entender o comportamento de diferentes sólidos adensantes é importante para a formulação de fluidos de perfuração e é um tema que deve ser melhor estudado.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BOBROFF, S.; PHILLIPS, R. J. Nuclear magnetic resonance imaging investigation of sedimentation of concentrated suspensions in non-Newtonian fluids. *Journal of Rheology*, 1998.
- BOCKSTAL, F.; FOUARGE, L.; HERMIA, J. A. R. G. Constant Pressure Cake Filtration with Simultaneous Sedimentation. *Filtration and Separation*, July/August 1985.
- DAUGAN, S. *et al.* Aggregation of particles settling in shear-thinning fluids. Part 1. Two-particle aggregation. *The European Physical Journal E*, 2002.
- DAUGAN, S. *et al.* Aggregation of particles settling in shear-thinning fluids. Part 2. Three-particle aggregation. *The European Physical Journal E*, 2002.
- DAUGAN, S. *et al.* Sedimentation of Suspensions in Shear-Thinning Fluids. *Oil & Gas Science and Technology*, 2004.
- FANN INSTRUMENT. <https://www.fann.com/>. Acesso em: 15 novembro 2018.
- FONTE, R.; HERNÁNDEZ, A. Filtration with Sedimentation: Application of Kynch's. *Separation Science and Technology*, 2000.
- JOSEPH, D. D. *et al.* Aggregation and dispersion of spheres falling in viscoelastic liquids. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, v. 54, p. 45-86, 1994.
- JOSEPH, D. D.; LIU, Y. J. Orientation of long bodies falling in a viscoelastic liquid. *Journal of Rheology*, 1993.
- KYNCH, G. J. A Theory of Sedimentation. *Trans. Faraday Soc.*, v. 48, p. 166-176, 1952.
- METTLER TOLEDO. <https://www.mt.com>. Acesso em: 15 novembro 2018.
- MICHELE, J.; PATZOLD, R.; DONIS, R. Alignment and aggregation effects in suspensions of spheres in non-Newtonian media. *Rheologica Acta*, v. 16, 1977.
- MICROMERITICS. <https://www.micromeritics.com>. Acesso em: 15 novembro 2018.
- MOREIRA, B. A.; AROUCA, F. O.; DAMASCENO, J. J. R. Analysis of suspension sedimentation in fluids with rheological shear-thinning properties and thixotropic effects. *Powder Technology*, v. 308, p. 290-297, 2017.
- OFITE. <http://www.ofite.com>. Acesso em: 15 novembro 2018.
- SILVA, K. C. Estudo da filtração com e sem sedimentação prévia de fluidos de perfuração com comportamento Newtonianos e Não-Newtonianos. 2017. Dissertação (Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica.

TILLER, F. M.; HSYUNG, N. B. A. C. D. Z. Role of Porosity in Filtration: XII. Filtration with Sedimentation. *AIChE Journal*, 1995.

WEILAND, R. H.; PESSAS, Y. P.; RAMARAO, B. V. On instabilities arising during sedimentation of two-component mixtures of solids. *J. Fluid Mech.*, v. 142, p. 383-389, 1984.

YIM, S. A Theoretical and Experimental Study on Cake Filtration with Sedimentation. *Korean Ji Chem. Eng.*, 1999.

YU, Z.; WACHS, A.; PEYSSON, Y. Numerical simulation of particle sedimentation in shear-thinning fluids with a fictitious domain method. *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 2006.